

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-322404

(P2002-322404A)

(43) 公開日 平成14年11月8日 (2002.11.8)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	7-71-1* (参考)
C 0 9 D 17/00		C 0 9 D 17/00	2 C 0 5 6
B 4 1 J 2/01		B 4 1 M 5/00	E 2 H 0 8 6
B 4 1 M 5/00		C 0 9 B 67/20	H 4 J 0 3 7
C 0 9 B 67/20		67/46	B 4 J 0 3 8
67/46		C 0 9 D 7/14	4 J 0 3 9

審査請求 未請求 請求項の数19 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-127641(P2001-127641)

(22) 出願日 平成13年4月25日 (2001.4.25)

(71) 出願人 000001270

コニカ株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72) 発明者 星野 秀樹

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会

社内

(72) 発明者 伊藤 聡

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会

社内

(72) 発明者 中村 正樹

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会

社内

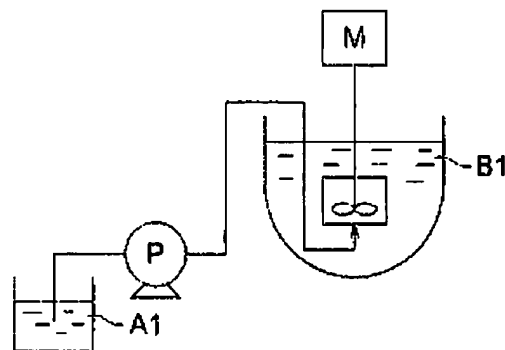
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料分散体の製造方法及び製造された顔料分散体を含有するインクジェット記録用インク

## (57) 【要約】

【課題】 一次粒子及び分散粒径が小さい顔料分散体の製造方法、及び、画像の透明感が良く、分散安定性に優れたインクジェット用顔料インクを提供する。

【解決手段】 攪拌手段を有する反応容器内に保持された、アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解させた溶液に、顔料を溶解させた溶液を液中添加する顔料分散体の製造方法。



(2)

特開2002-322404

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 攪拌手段を有する反応容器内に保持された、アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解させた溶液に、顔料を溶解させた溶液を液中添加することを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項2】 前記顔料を溶解させた溶液が前記顔料誘導体を含むことを特徴とする請求項1に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項3】 攪拌手段を有する反応容器内に保持された水性媒体に、アニオン性基を有する顔料誘導体及び顔料を溶解させた溶液を液中添加することを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項4】 攪拌手段を有する反応容器内に保持された水性媒体に、各々別の添加ラインを用いて、アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解させた溶液及び顔料を溶解させた溶液を添加することを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項5】 前記添加が水性媒体への液中添加であることを特徴とする請求項4に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項6】 前記顔料を溶解させた溶液が前記顔料誘導体を含むことを特徴とする請求項4又は5に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項7】 容器外部にアニオン性基を有する顔料誘導体を溶解させた溶液を循環する循環経路を有し、該循環経路の途中に混合装置を有し、該混合装置に顔料を溶解させた溶液を添加することを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項8】 前記混合装置に、各々別の添加ラインを用いて、前記顔料誘導体を溶解させた溶液とは別に、予め調製された顔料誘導体を溶解させた溶液、及び前記顔料を溶解させた溶液を添加することを特徴とする請求項7に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項9】 前記顔料が溶解された溶液が前記顔料誘導体を含むことを特徴とする請求項7又は8に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項10】 容器外部に水性媒体を循環する循環経路を有し、該循環経路の途中に混合装置を有し、該混合装置に具備した各々別の添加ラインを用いて、該混合装置にアニオン性基を有する顔料誘導体を溶解させた溶液及び顔料を溶解させた溶液を添加することを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項11】 前記顔料が溶解された溶液が前記顔料誘導体を含むことを特徴とする請求項10に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項12】 容器外部に混合装置を有し、該混合装置に具備した各々別の添加ラインを用いて、該混合装置にアニオン性基を有する顔料誘導体を溶解した溶液及び顔料を溶解した溶液を添加することを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項13】 前記顔料を溶解させた溶液が顔料誘導体を含むことを特徴とする請求項12に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項14】 容器外部に混合装置を有し、該混合装置に具備した各々別の添加ラインを用いて、該混合装置に水性媒体及びアニオン性基を有する顔料誘導体を溶解した溶液及び顔料を溶解した溶液を添加することを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項15】 前記水性媒体及び／又は前記顔料を溶解させた溶液が前記顔料誘導体を含むことを特徴とする請求項14に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項16】 アニオン性基を有する顔料誘導体及び顔料を用い、製造時及び／又は製造後に脱塩工程を有することを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項17】 アニオン性基を有する顔料誘導体及び顔料を用い、製造時及び／又は製造後に分散工程を有することを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項18】 アニオン性基を有する顔料誘導体、及び顔料を用い、該顔料誘導体を溶解させた溶液及び顔料を溶解させた溶液の少なくとも一方が水性ポリマーを含有することを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項19】 請求項1乃至18のいずれか1項に記載の製造方法により製造された顔料分散体を含有することを特徴とするインクジェット記録用インク。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、特にインクジェット記録用インクに採用するのに好適な顔料分散体を得られる、顔料分散体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】インクジェット記録方法は、着色インクの微小液滴を種々の作動原理により飛翔させて記録媒体に付着させ、画像、文字などの記録を行うものである。比較的高速出力が可能であり、低騒音、低ランニングコスト、多色化が容易である等の利点を有している。

【0003】また、近年の技術進歩により、着色剤として染料インクを用いたインクジェットプリントの銀塩写真に迫る高画質化や装置の低価格化が普及を加速させている。

【0004】染料は溶媒に可溶であり、色素分子は分子状態もしくはクラスター状態で着色している。従って各分子の環境が似通っているために、その吸収スペクトルはシャープであり高純度で鮮明な発色を示す。更に粒子性がなく、散乱光、反射光が発生しないので、透明性が高く、色相も鮮明である。

【0005】しかしその一方で、光化学反応などにより分子が破壊された場合には分子数の減少がそのまま着色濃度に反映するために耐光性が悪い。染料インクを用いたインクジェット記録画像は高画質だが、経時保存による画像品質の低下が大きく、画像保存性の観点で銀塩写

(3)

特開2002-322404

3

真を凌駕する技術が未だ現れていないのが現状である。

【0006】染料インクに対して、光による退色に強い画像を必要とする用途向けのインクとして、耐光性が良好である顔料を着色剤として用いる顔料インクが使用されている。しかしながら、顔料は染料と異なり、水不溶性である為、インク中で粒子として存在する。この為、光の散乱を受けやすく、透明感のない画像を与えるので、色再現性の点で、染料には及ばない欠点があった。

【0007】この欠点を克服するために、一次粒径の小さい顔料を分散することによって得られる分散粒径の小さいインクを用いて、色再現向上が試みられている。しかしながら、一般的に、一次粒子が小さくなるほど、顔料の分散は難しくなり、粘度上昇などの悪影響がある。それを回避するための技術としては、顔料誘導体、無機塩などで顔料表面を改質する技術が、塗料分野では知られている。具体的にはミルを用いて高温で長時間ミリングする、硫酸に溶かして水中にペーストするなどの方法がある。また、キナクリドン系顔料では、特公昭54-135821号、特開平5-230384号には、顔料誘導体をDMSOのアルカリ溶液にキナクリドンとともに溶解してペーストする技術も公開されている。

【0008】しかし、これらの技術は塗料などの非水系、又は水系のポリマー含有率の高い分散物を得る目的のための技術であり、インクジェットインクのように、粘度が低くポリマー含有率が極端に低い場合に、それらの技術をそのまま用いる事は出来なかった。その為、インク中の高分子分散剤を増やさなければならず、記録液の粘度上昇により記録液の吐出安定性が劣るなど、インクジェットとしての基本的な問題を解決するまでは至っていなかった。

【0009】また、本出願人は特開2000-377068で、アニオン性基を有する顔料誘導体、及び顔料を用いる顔料分散体について提案したが、所望の品質を満たすには至っていなかった。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、一次粒子及び分散粒径が小さい顔料分散体の製造方法を提供することであり、更には画像の透明感が良く、分散安定性に優れたインクジェット用顔料インクを提供する事である。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記の課題を解決するために、鋭意研究を重ねた結果、アニオン性基を有する顔料誘導体と顔料、水性媒体を特定の方法及び条件下で混合させる事により、生成した顔料分散体は、一次粒子及び分散粒径が小さく、且つ水に親和性が高く、分散安定性の高い水分散物を与えることを見いだした。

【0012】即ち本発明は、

1) 攪拌手段を有する反応容器内に保持された、アニ

4

オン性基を有する顔料誘導体を溶解させた溶液に、顔料を溶解させた溶液を液中添加する顔料分散体の製造方法、前記顔料を溶解させた溶液が前記顔料誘導体を含むこと、

2) 攪拌手段を有する反応容器内に保持された水性媒体に、アニオン性基を有する顔料誘導体及び顔料を溶解させた溶液を液中添加する顔料分散体の製造方法、

3) 攪拌手段を有する反応容器内に保持された水性媒体に、各々別の添加ラインを用いて、アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解させた溶液及び顔料を溶解させた溶液を添加する顔料分散体の製造方法、前記添加が水性媒体への液中添加であること、前記顔料を溶解させた溶液が前記顔料誘導体を含むこと、

4) 容器外部にアニオン性基を有する顔料誘導体を溶解させた溶液を循環する循環経路を有し、該循環経路の途中に混合装置を有し、該混合装置に顔料を溶解させた溶液を添加する顔料分散体の製造方法、前記混合装置に、各々別の添加ラインを用いて、前記顔料誘導体を溶解させた溶液とは別に、予め調製された顔料誘導体を溶解させた溶液、及び前記顔料を溶解させた溶液を添加すること、前記顔料が溶解された溶液が前記顔料誘導体を含むこと、

5) 容器外部に水性媒体を循環する循環経路を有し、該循環経路の途中に混合装置を有し、該混合装置に具備した各々別の添加ラインを用いて、該混合装置にアニオン性基を有する顔料誘導体を溶解させた溶液及び顔料を溶解させた溶液を添加する顔料分散体の製造方法、前記顔料が溶解された溶液が前記顔料誘導体を含むこと、

6) 容器外部に混合装置を有し、該混合装置に具備した各々別の添加ラインを用いて、該混合装置にアニオン性基を有する顔料誘導体を溶解した溶液及び顔料を溶解した溶液を添加する顔料分散体の製造方法、前記顔料を溶解させた溶液が顔料誘導体を含むこと、

7) 容器外部に混合装置を有し、該混合装置に具備した各々別の添加ラインを用いて、該混合装置に水性媒体及びアニオン性基を有する顔料誘導体を溶解した溶液及び顔料を溶解した溶液を添加する顔料分散体の製造方法、前記水性媒体及び／又は前記顔料を溶解させた溶液が前記顔料誘導体を含むこと、

8) アニオン性基を有する顔料誘導体及び顔料を用い、製造時及び／又は製造後に脱塩工程を有する顔料分散体の製造方法、

9) アニオン性基を有する顔料誘導体及び顔料を用い、製造時及び／又は製造後に分散工程を有する顔料分散体の製造方法、

10) アニオン性基を有する顔料誘導体、及び顔料を用い、該顔料誘導体を溶解させた溶液体及び該顔料を溶解させた溶液の少なくとも一方が水性ポリマーを含有する顔料分散体の製造方法、

11) 1)乃至10)のいずれかの製造方法により製

5

造された顔料分散体を含有するインクジェット記録用インク、をその構成とする。

【0013】以下、本発明について詳述する。本発明に係るアニオン性基を有する顔料誘導体とは、有機顔料母核を有する有機物で直接に又はジョイントを介してアニオン性基が結合しているものを言う。

【0014】アニオン性基としては、スルホン酸基、カルボン酸基、磷酸基、硼酸基、水酸基が挙げられるが、好ましくはスルホン酸基、カルボン酸基であり、更に好ましくは、スルホン酸基である。

【0015】有機顔料母核としては、アントラキノン母核、ジオキサジン母核、チオインジゴ母核、キナクリドン母核、フタロシアニン母核、ペリレン顔料母核、イソインドリノン顔料母核、キノフタロン顔料母核等の多環式顔料母核、及びアゾ基を有する顔料が挙げられるが、好ましくはキナクリドン母核、フタロシアニン母核、アントラキノン母核であり、更に好ましくは、キナクリドン母核、フタロシアニン母核である。

【0016】キナクリドン母核を有する顔料誘導体としてはスルホキナクリドン、ジスルホキナクリドン、カルボキシキナクリドン、ジカルボキシキナクリドン、スルホフェニルアミノスルホンキナクリドン、スルホブチルアミノスルホンキナクリドン等が挙げられ、フタロシアニン母核を有する顔料誘導体としてはスルホフタロシアニン、ジスルホフタロシアニン、テトラスルホフタロシアニン、ジカルボキシフタロシアニン、テトラカルボキシフタロシアニン等が挙げられる。

【0017】アゾ基を有する顔料誘導体としてはC. i. Pigment Yellow 74のスルホン化物、C. i. Pigment Yellow 128のスルホン化物等が、イソインドリノン母核を有する顔料誘導体としてはC. i. Pigment Yellow 109のスルホン化物等が、アントラキノン母核を有する顔料誘導体としてはC. i. Pigment Red 168のスルホン化物等が、ペリレン母核を有する顔料誘導体としてはC. i. Pigment Orange 168のスルホン化物等がそれぞれ挙げられ、特に好ましくはキナクリドン母核を有する顔料誘導体である。

【0018】ジョイントとは、2価の連結基を指す。具体的には、置換もしくは無置換のアルキレン基、置換もしくは無置換のアルケニレン基、置換もしくは無置換のフェニレン基、置換もしくは無置換のヘテロ環基（例えば、フラニレン基、ピロリレン基、イミダゾリレン基等）、 $-O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-SO-$ 、 $-SO_2NH-$ 、 $-NHSO_2-$ 、 $-NHCO-$ 、 $-CONH-$ 、 $-S-$ 、及びこれらを組み合わせた連結基が挙げられる。

【0019】アニオン性基は、フリーでも塩の状態で良い。カウンター塩としては、有機塩（リチウム、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム、アルミ

(4)

特開2002-322404

6

ニウム、ニッケル、アンモニウム）、有機塩（トリエチルアンモニウム、ジエチルアンモニウム、ピリジニウム、トリエタノールアンモニウム等）が挙げられる。好ましくは1価の価数を有するカウンター塩である。

【0020】これらの顔料誘導体は、公知の方法で容易に合成することが出来るが、顔料を硫酸、クロル硫酸などのスルホン化剤によるスルホン化、クロル硫酸を用いてスルホンクロリド化後アミンと反応させる方法、又は、予めスルホン酸が入っている中間体を用いて顔料を合成する方法等が用いられる。

【0021】本発明に係るアニオン性基を有する顔料誘導体は、顔料と同一母格である事が好ましく、更に好ましくはアニオン性基を有する顔料誘導体及び顔料が、キナクリドン母核を有する顔料であり、さらに顔料はアルカリ性非プロトン性極性溶媒に溶解して溶液とすることが好ましい。

【0022】また水性媒体中に、顔料溶液を中和するに足りる中和剤が含まれていることが好ましい。

【0023】水性媒体とは水を主成分とする媒体をいう。この水性媒体中には水に溶解する水溶性有機溶媒を加えても良い。水溶性の有機溶媒の具体的例としては、水溶性アルコール類（例えば、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、ブタノール、iso-ブタノール、sec-ブタノール、tert-ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール等）、水溶性多価アルコール類（例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、ブチレングリコール、ヘキサジオール、ペンタジオール、グリセリン、ヘキサトリオール、チオジグリコール等）、水溶性ケトン類（アセトンなど）が挙げられる。

【0024】本発明で用いられる顔料は、色を有する有機顔料を指し、具体的には、キナクリドン系顔料、フタロシアニン系顔料、アゾ顔料、ペリレン顔料、アントラキノン顔料、ジオキサジン顔料、チオインジゴ顔料、イソインドリノン顔料、キノフタロン顔料等の多環式顔料や、塩基性染料型レーキ、酸性染料型レーキ等の染料レーキや、ニトロ顔料、ニトロソ顔料、アニリンブラック、螢光染料等の有機顔料が挙げられる。

【0025】具体的な有機顔料を以下に例示する。マゼンタ又はレッド用の顔料としては、C. i. ピグメントレッド2、C. i. ピグメントレッド3、C. i. ピグメントレッド5、C. i. ピグメントレッド6、C. i. ピグメントレッド7、C. i. ピグメントレッド15、C. i. ピグメントレッド16、C. i. ピグメントレッド48:1、C. i. ピグメントレッド53:1、C. i. ピグメントレッド57:1、C. i. ピグメントレッド122、C. i. ピグメントレッド12

(5)

特開2002-322404

7

3. C. I. ピグメントレッド139, C. I. ピグメントレッド144, C. I. ピグメントレッド149, C. I. ピグメントレッド166, C. I. ピグメントレッド177, C. I. ピグメントレッド178, C. I. ピグメントレッド222等が挙げられる。

【0026】オレンジ又はイエロー用の顔料としては、C. I. ピグメントオレンジ31, C. I. ピグメントオレンジ43, C. I. ピグメントイエロー12, C. I. ピグメントイエロー13, C. I. ピグメントイエロー14, C. I. ピグメントイエロー15, C. I. ピグメントイエロー17, C. I. ピグメントイエロー93, C. I. ピグメントイエロー94, C. I. ピグメントイエロー128, C. I. ピグメントイエロー138等が挙げられる。

【0027】グリーン又はシアン用の顔料としては、C. I. ピグメントブルー15, C. I. ピグメントブルー15:2, C. I. ピグメントブルー15:3, C. I. ピグメントブルー16, C. I. ピグメントブルー60, C. I. ピグメントグリーン7等が挙げられる。

【0028】これらの顔料を溶解する溶媒としては、酸性溶媒とアルカリ性非プロトン性極性溶媒が挙げられる。

【0029】酸性溶媒としては、硫酸、スルホン酸系溶媒（例えばメタンスルホン酸、エタンスルホン酸など）が挙げられる。

【0030】アルカリ性非プロトン性極性溶媒とは、アルカリ性物質（例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム）の水溶液を含有した非プロトン性極性溶媒のことをいう。

【0031】非プロトン性極性溶媒としては、アミド類（例えば、ホルムアミド、N、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド等）、複素環類（例えば、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、N-シクロヘキシル-2-ピロリドン、2-オキサゾリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等）、スルホキシド類（例えば、ジメチルスルホキシド等）、スルホン類（例えば、スルホラン等）、アセトニトリル等が挙げられる。好ましくは、アミド類、スルホキシド類、アセトニトリルである。

【0032】顔料誘導体の添加量は、溶解された顔料に対して0.1mol%以上50mol%以下が好ましい。0.1mol%未満では顔料粒子の成長及び凝集を抑制する効果が少なくなり、50mol%を越えると期待する程の効果が得られない。

【0033】アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解、又は分散させた水性媒体中に、溶解された顔料の溶液を加える時の温度は、特に制限をされないが、好ましくは0℃～80℃の範囲が挙げられる。0℃未満では、親水媒体中の水が氷結する可能性があるし、80℃を越える

8

と顔料粒子の成長が著しく速くなり、所望の粒径が得られない。

【0034】本発明に係る反応容器の攪拌手段は特に制限はなく、通常のインペラーを用いることができる。パドル翼、湾曲パドル翼、傾斜パドル翼、プロペラ翼、タービン翼、フルマージン翼、イカリ翼、螺旋軸翼、螺旋帯翼、ディゾルバー翼、ホモミクサー翼などが挙げられる。これらのうち、回転軸方向の推力により軸方向への流れを強く発生させることができる軸流型攪拌翼を用いることが好ましい。

【0035】顔料溶液の混合においては、より均一な混合を行うために実質的に乱流であることが好ましい。乱流はレイノルズ(Re)数により定義される。レイノルズ数とは、流れの中にある物体の代表的な長さをD、速度をU、密度を $\rho$ 、粘性率を $\eta$ とすると、

$$Re = DU\rho/\eta$$

なる無次元数によって定義される。

【0036】一般に、 $Re < 2300$ の時を層流、 $2300 < Re < 3000$ を遷移域、 $Re > 3000$ の時を乱流という。実質的に乱流とは、 $Re > 3000$ を指し、好ましくは $Re > 5000$ 、より好ましくは $Re > 10000$ である。本発明においてはレイノルズ数3000以上で混合することが好ましく、5000以上が更に好ましい。

【0037】顔料溶液の添加は、液の流れによどみのない場所に添加することが好ましく、攪拌翼近傍の液中に添加することがより好ましい。また顔料溶液の添加ノズルは1本でも良いが、複数本存在する方が好ましい。

【0038】本発明に係る混合装置は内部に攪拌機を有する動的混合装置でも良いし、攪拌機を有さない静的混合装置でも良い。静的混合装置の場合には、全ての供給管及び析出した顔料を排出する管の軸が全て同一の点で集結し、かつ管内部に攪拌機を有さないことを特徴とする。例えばT字型でも良いしY字形でも良い。動的混合装置においても静的混合装置においても、顔料溶液及び顔料誘導体溶液、更に水性媒体を導入するノズルの数が1本又は1本ずつでも良いが、複数本又は複数本ずつ存在する方が好ましい。

【0039】本発明に係る静的混合装置において、ノズル管内を移動する物体の速度(m/sec)を線速度とよび、好ましくは5m/sec以上、特に好ましくは10m/sec以上100m/sec以下である。

【0040】本発明において脱塩工程とは、アニオン性基を有する顔料誘導体、及び顔料を用いる顔料分散体の製造方法において、該顔料分散体の製造時及び/又は製造後に生ずるナトリウムなどの塩類や、酸性溶媒、アルカリ性非プロトン性極性溶媒を除去する工程を示す。脱塩方法としては、遠心分離法、浮上分離法、沈降分離法、膜外濾過法、電気透析法など様々な方法が好ましく用いられる。本発明において、より好ましい方法として

は限外濾過法が挙げられる。

【0041】本発明において脱塩度は、溶液の伝導度として3, 000  $\mu\text{m}/\text{cm}$ 以下が好ましく、1, 000  $\mu\text{m}/\text{cm}$ 以下がより好ましく、500  $\mu\text{m}/\text{cm}$ 以下が更に好ましい。

【0042】本発明に係る分散工程とは、アニオン性基を有する顔料誘導体、及び顔料を用いる顔料分散体の製造方法において、該顔料分散体の製造時及び/又は製造後に凝集した顔料粒子をばくす工程を示す。分散方法としては、ディスパー、サンドミル、ホモジナイザー、ボールミル、ペイントシェーカーなど様々な方法が好ましく用いられる。本発明において、より好ましい方法としてはサンドミルが挙げられる。

【0043】水性ポリマーの好ましい例としては天然高分子が挙げられ、その具体例としては、にかわ、ゼラチン、ガゼイン、若しくはアルブミンなどのたんぱく質類、アラビアゴム、若しくはトラガントゴムなどの天然ゴム類、サポニンなどのグルコシド類、アルギン酸及びアルギン酸プロピレングリコールエステル、アルギン酸トリエタノールアミン、若しくはアルギン酸アンモニウムなどのアルギン酸誘導体、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、若しくはエチルヒドロキシセルロースなどのセルロース誘導体が挙げられる。

【0044】更に、水性ポリマーの好ましい例として合成高分子が挙げられ、ポリビニルアルコール類、ポリビニルピロリドン類、ポリアクリル酸、アクリル酸-アクリルニトリル共重合体、アクリル酸カリウム-アクリルニトリル共重合体、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体、若しくはアクリル酸-アクリル酸エステル共重合体などのアクリル系樹脂、スチレン-アクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸-アクリル酸エステル共重合体、スチレン- $\alpha$ -メチルスチレン-アクリル酸共重合体、若しくはスチレン- $\alpha$ -メチルスチレン-アクリル酸-アクリル酸エステル共重合体などのスチレンアクリル酸樹脂、スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-無水マレイン酸共重合体、ビニルナフタレン-アクリル酸共重合体、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合体、及び酢酸ビニル-エチレン共重合体、酢酸ビニル-脂肪酸ビニルエチレン共重合体、酢酸ビニル-マレイン酸エステル共重合体、酢酸ビニル-クロトン酸共重合体、酢酸ビニル-アクリル酸共重合体などの酢酸ビニル系共重合体及びそれらの塩が挙げられる。これらの中で、特に好ましい例としては、ポリビニルピロリドン類が挙げられる。

【0045】ポリマーの分子量は、1, 000以上200, 000以下が好ましい。更には、3, 000以上200, 000以下がより好ましい。1, 000未満では顔料粒子の成長及び凝集を抑制する効果が少なくなり、200, 000を超えると粘度上昇、溶解不良等の問題が

発生し易くなる。

【0046】ポリマーの添加量は、溶解された顔料に対して10質量%以上1, 000質量%以下が好ましい。更には、50質量%以上200質量%以下がより好ましい。10質量%未満では顔料粒子の成長及び凝集を抑制する効果が少なくなり、1000質量%を超えると粘度上昇、溶解不良等の問題が発生し易くなる。

【0047】本発明で得られる顔料分散体を用いれば、分散安定性は従来のものよりかなり向上するが、それでも不足の場合は、必要に応じて、界面活性剤、高分子分散剤を含有させてもよい。界面活性剤、高分子分散剤の種類は特に制限されないが、アニオン系、又はノニオン性の界面活性剤、また高分子分散剤で好ましく使用される界面活性剤としては、例えば、ジアルキルスルホコハク酸塩類、アルキルナフタレンスルホン酸塩類、脂肪酸塩類等のアニオン性界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル類、アセチレングリコール類、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロックポリマー類等のノニオン性界面活性剤が挙げられる。高分子分散剤の例としては、ポリスチレン-アクリル酸共重合体などが挙げられる。

【0048】本発明のインクに使用できるインク溶剤としては、水溶性の有機溶媒が好ましく、具体的にはアルコール類（例えば、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、*n*-ブタノール、*i*-ブタノール、*sec*-ブタノール、*tert*-ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール等）、多価アルコール類（例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、ブチレングリコール、ヘキサントリオール、ペンタントリオール、グリセリン、ヘキサントリオール、チオジグリコール等）、多価アルコールエーテル類（例えば、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノフェニルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールジメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノプロピルエーテル、トリプロピレングリコールジメチルエーテル等）、アミン類（例えば、エタノールアミン、ジエ

(7)

特開2002-322404

11

タノールアミン、トリエタノールアミン、N-メチルジエタノールアミン、N-エチルジエタノールアミン、モルホリン、N-エチルモルホリン、エチレンジアミン、ジエチレンジアミン、トリエチレントトラミン、テトラエチレンペンタミン、ポリエチレンイミン、ペンタメチルジエチレントリアミン、テトラメチルプロピレンジアミン等)、アミド類(例えば、ホルムアミド、N、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド等)、複素環類(例えば、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、N-シクロヘキシル-2-ピロリドン、2-オキサゾリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等)、スルホキシド類(例えば、ジメチルスルホキシド等)、スルホン類(例えば、スルホラン等)、スルホン酸塩類(例えば1-ブタンスルホン酸ナトリウム塩等)、尿素、アセトニトリル、アセトン等が挙げられる。

【0049】これらのインク溶剤は単独で用いても、また併用して用いても良い。本発明のインクにおいて、ラテックスをインク中に加えても良い。例えば、スチレン-ブタジエン共重合体、ポリスチレン、アクリロニトリル-ブタジエン共重合体、アクリル酸エステル共重合体、ポリウレタン、シリコン-アクリル共重合体及びアクリル変性フッ素樹脂等のラテックスが挙げられる。ラテックスは、乳化剤を用いてポリマー粒子を分散させたものであっても、また乳化剤を用いなくて分散させたものであってもよい。乳化剤としては界面活性剤が多く用いられるが、スルホン酸基、カルボン酸基等の水に可溶性基を有するポリマー(例えば、可溶化基がグラフト結合しているポリマー、可溶化基を持つ単量体と不溶性の部分を持つ単量体とから得られるポリマー)を用いることも好ましい。

【0050】本発明のインクではソープフリーラテックスを用いることが特に好ましい。ここにソープフリーラテックスとは、乳化剤を使用していないラテックス、及びスルホン酸基、カルボン酸基等の水に可溶性基を有するポリマー(例えば、可溶化基がグラフト結合しているポリマー、可溶化基を持つ単量体と不溶性の部分を持つ単量体とから得られるポリマー)を乳化剤として用いたラテックスのことを指す。

【0051】近年、ラテックスのポリマー粒子として、粒子全体が均一であるポリマー粒子を分散したラテックス以外に、粒子の中心部と外縁部で組成を異にしたコア-シェルタイプのポリマー粒子を分散したラテックスも存在するが、本発明においては、このタイプのラテックスも好ましく用いることができる。

【0052】本発明のインクにおいて、ラテックス中のポリマー粒子の平均粒径は10nm以上300nm以下が好ましく、10nm以上100nm以下であることがより好ましい。ラテックスの平均粒径が300nmを超えると、画像の光沢感の劣化が起こり、10nm未満で

12

あると耐水性、耐擦過性が不十分となる。なおラテックス中のポリマー粒子の平均粒径は光散乱法、電気泳動法、レーザードップラー法を用いた市販の粒径測定機器により求めることができる。

【0053】本発明のインクにおいて、ラテックスは固形分添加量としてインクの全質量に対して0.1質量%以上20質量%以下となるように添加されるが、ラテックスの固形分添加量を0.5質量%以上10質量%以下とすることが特に好ましい。ラテックスの固形分添加量が0.1質量%未満では、耐水性に関して十分な効果を発揮させることが難しく、また、20質量%を超えると、経時でインク粘度の上昇が起こったり、顔料分散粒径の増大が起こりやすくなるなどインク保存性の点で問題が生じることが多い。

【0054】本発明の水溶性インクには、この他に、防曇剤、防敵剤、粘度調整剤等を必要に応じて含有させてもよい。

【0055】本発明のインクでは電気伝導度調節剤を用いることもでき、例えば塩化カリウム、塩化アンモニウム、硫酸ナトリウム、硝酸ナトリウム、塩化ナトリウムなどの無機塩や、トリエタノールアミン等の水性アミン等が挙げられる。

【0056】本発明のインクにおいては、吐出安定性、プリントヘッドやインクカートリッジ適合性、保存安定性、画像保存性、その他の諸性能向上の目的に応じて、さらに粘度調整剤、比抵抗調整剤、皮膜形成剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、退色防止剤、防錆剤、防曇剤等を添加することもできる。

【0057】記録に用いられる記録媒体としては、普通紙、コート紙、インク液を吸収して膨潤するインク受容層を設けた膨潤型インクジェット用記録紙、多孔質のインク受容層を持った空隙型インクジェット用記録紙、また基紙の代わりにポリエチレンテレフタレートフィルムなどの樹脂支持体を用いたものも用いることが出来る。しかし、空隙型インクジェット用記録紙又は空隙型インクジェット用フィルムが、最も優れた性能を発揮する。

【0058】空隙型インクジェット用記録紙又は空隙型インクジェット用フィルムとは、インク吸収能を有する空隙層が設けられている記録媒体を言い、該空隙層は、主に親水性バインダーと無機微粒子の軟凝集により形成されるものである。

【0059】空隙層の設け方は、皮膜中に空隙を形成する方法として種々知られており、例えば、二種以上のポリマーを含有する均一な塗布液を支持体上に塗布し、乾燥過程でこれらのポリマーを互いに相分離させて空隙を形成する方法、固体微粒子及び親水性又は疎水性バインダーを含有する塗布液を支持体上に塗布し、乾燥後に、インクジェット記録用紙を水或いは適当な有機溶媒を含有する液に浸漬して固体微粒子を溶解させて空隙を作製する方法、皮膜形成時に発泡する性質を有する化合物を

(8)

特開2002-322404

13

含有する塗布液を塗布後、乾燥過程でこの化合物を発泡させて皮膜中に空隙を形成する方法、多孔質固体微粒子と親水性バインダーを含有する塗布液を支持体上に塗布し、多孔質微粒子中や微粒子間に空隙を形成する方法、親水性バインダーに対して概ね等量以上の空隙を有する固体微粒子及び又は微粒子油滴と親水性バインダーを含有する塗布液を支持体上に塗布して固体微粒子の間に空隙を作製する方法などが挙げられるが、本発明のインクを用いる上では、いずれも方法で設けられても、良い結果を与える。

【0060】インクジェット記録で使用するインクジェットヘッドはオンデマンド方式でもコンティニュアス方式でも構わない。また、吐出方式としては、電気-機械変換方式（例えば、シングルキャピタリー型、ダブルキャピタリー型、ペンダー型、ピストン型、シエアーモード型、シエードウォール型等）、電気-熱変換方式（例えば、サーマルインクジェット型、バブルジェット（登録商標）型等）、静電吸引方式（例えば、電界制御型、スリットジェット型等）及び放電方式（例えば、スパークジェット型等）などを具体的な例として挙げることができ、いずれの吐出方式を用いても構わない。

【0061】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されない。尚、実施例中で（％）は特に断りの無い限り質量％を示す。

【0062】実施例1

（顔料分散体C1-1）

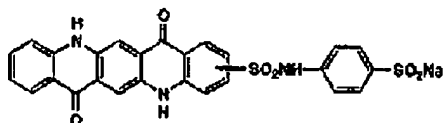
（A1液の調製）C. I. ピグメントレッド122（C. I. Pigment Red 122 商品名HOSTAPERMPINK E）50gをDMSO（Dimethyl sulfoxide）818.93gと10％NaOH水溶液275.93gの混合溶液に溶解させ、1μmのミリポアフィルターで濾過した液をA1液とする。

【0063】（B1液の調製）8.38gの顔料誘導体1を水1925.0gに溶解し、1μmのミリポアフィルターで濾過した液に酢酸39.34gを加えたものをB1液とする。

【0064】

【化1】

顔料誘導体1



【0065】（顔料分散体C1-1の調製）容量約4Lの容器にB1液を入れ、容器の周囲から水冷し、液温を0～10℃にする。次にT. K. ロボミックス（特殊機械工業株式会社製）の攪拌部としてホモミキサーを用いて、B1液を5000rpmで攪拌する。このB1液の

14

液中にA1液をローラーポンプを用いて30分で添加し、顔料微粒子を析出させる（図1）。

【0066】次いで、顔料微粒子が析出した溶液をダイヤフラムポンプ（株式会社ヤマダコーポレーション社製

DP-10BPT）を用いて限外濾過膜（旭化成工業株式会社製 ラボモジュール SIP-1013）に10L/minの流量で循環させて濃縮し、純水を加える操作を繰り返して行うことで、溶液の伝導度が500μS/cm以下になるまで脱塩を行う。

【0067】脱塩後の溶液をポンプを用いてミル内滞留時間が10分間となる様に、0.3mm径のシリコニアビーズ（京セラ製 トレセラム）を内容積の80％充填したメディア型分散機（VMA-GETZMANN社製 DISPERMAT SL-C12EX型）に供給し、ミル周速13m/sにて分散を行うことにより濃度5％の顔料分散体C1-1を得た。

【0068】（顔料分散体C1-2）

（A1液の調製）C. I. ピグメントレッド122

（前出）50gと顔料誘導体1の4.19gをDMSO 818.93gと10％NaOH水溶液275.93gの混合溶液に溶解させ、1μmのミリポアフィルターで濾過した液をA1液とする。

【0069】（B2液の調製）顔料誘導体1の4.19gを水1925.0gに溶解し、1μmのミリポアフィルターで濾過した液に酢酸39.34gを加えたものをB2液とする。

【0070】（顔料分散体C1-2の調製）A1液に代えてB1液を、B1液に代えてB2液を使用する以外はC1-1と同様にして顔料分散体C1-2を調製した。

【0071】実施例2

（顔料分散体C2）

（A2液の調製）C. I. ピグメントレッド122

（前出）50gと顔料誘導体1の8.38gをDMSO 818.93gと10％NaOH水溶液275.93gの混合溶液に溶解させ、1μmのミリポアフィルターで濾過した液をA2液とする。

【0072】（H1液の調製）水1925.0gに酢酸39.34gを加えたものをH1液とする。

【0073】（顔料分散体C2の調製）A1液に代えてA2液を、B1液に代えてH1液を使用する以外はC1-1と同様にして顔料分散体C2を調製した。

【0074】実施例3

（顔料分散体C3-1）

（B3液の調製）顔料誘導体1の8.38gを水96

2.5Gに溶解し、1μmのミリポアフィルターで濾過した液に酢酸39.34gを加えたものをB3液とする。

【0075】（H2液の調製）水962.5gを秤量したものをH2液とする。



(9)

特開2002-322404

15

【0076】〈顔料分散体C3-1の調製〉容量約4Lの容器にH2液を入れ、容器の周囲から氷冷し、液温0～10℃にする。次にT. K. ロボミックス（前出）の攪拌部としてホモミキサーを用いて回転数5000rpmで攪拌する。その液にA1液とB3液をローラーポンプを用いて30分で添加し、顔料微粒子を析出させる（図2）。

【0077】以降、C1-1と同様にして顔料分散体C3-1を調製した。

〈顔料分散体C3-2〉A1液とB3液を液中添加した（図3）以外はC3-1と同様にして顔料分散体C3-2を調製した。

【0078】〈顔料分散体C3-3〉

〈B4液の調製〉顔料誘導体1の4.19gを水962.5gに溶解し、1μmのミリポアフィルターで濾過した液に酢酸39.34gを加えたものをB4液とする。

【0079】〈顔料分散体C3-3の調製〉A1液に代えてAB1液を、B3液に代えてB4液を使用する以外はC3-2と同様にして顔料分散体C3-3を調製した。

【0080】実施例4

〈顔料分散体C4-1〉容量約4Lの容器にB1液を入れ、容器の周囲から氷冷し、B1液を0～10℃にする。次にT. K. ロボミックス（前出）の攪拌部としてパイプラインホモミキサーを改造したものを循環ポンプと接続し、図4の様な装置構成とする。ポンプを起動してB1液を循環させパイプラインホモミキサーの回転数を5000rpmにする。次いでA1液をパイプラインホモミキサーにローラーポンプを用いて30分で添加し、顔料微粒子を析出させる。

【0081】以降、C1-1と同様にして顔料分散体C4-1を調製した。

〈顔料分散体C4-2〉

〈B5液の調製〉顔料誘導体1の4.19gを水962.5gに溶解し、1μmのミリポアフィルターで濾過した液をB5液とする。

【0082】〈顔料分散体C4-2の調製〉B1液に代えてB5液を容器に入れ、図5に示す様な装置構成にして、B4液をA1液と同時にパイプラインホモミキサーに添加する以外はC4-1と同様にして顔料分散体C4-2を調製した。

【0083】〈顔料分散体C4-3〉B1液に代えてB2液を、A1液に代えてAB1液を使用する以外はC4-1と同様にして顔料分散体C4-3を調製した。

【0084】実施例5

〈顔料分散体C5-1〉B5液に代えてH2液を、B4液に代えてB3液を使用する以外はC4-2と同様にして顔料分散体C5-1を調製した。

【0085】〈顔料分散体C5-2〉A1液に代えてA

16

B1液を、B3液に代えてB4液を使用する以外はC5-1と同様にして顔料分散体C5-2を調製した。

【0086】実施例6

〈顔料分散体C6-1〉A1液及びB1液を各々別の容器に入れ、それぞれ容器の周囲から氷冷し、0～10℃にする。次いでT. K. ロボミックス（前出）の攪拌部としてパイプラインホモミキサーを改造したものと、A1液及びB1液をそれぞれポンプを介して接続する（図6）。まずB1液側のポンプを起動してB1液をパイプラインホモミキサーに供給する。続いてパイプラインホモミキサーの回転数を5000rpmに設定する。その後、A1液側のポンプを起動し、A1液をパイプラインホモミキサーに供給して顔料微粒子を析出させる。

【0087】以降、C1-1と同様にして顔料分散体C6-1を調製した。

〈顔料分散体C6-2〉T. K. ロボミックスに代えて図7にモデル的に示す構造の混合機を用いる以外はC6-1と同様にして顔料分散体C6-2を調製した。なおA1液及びB1液の添加流量はそれぞれ500ml/min、混合機の流路の管径は1mmとした。

【0088】〈顔料分散体C6-3〉A1液に代えてAB1液を、B1液に代えてB2液を使用する以外はC6-1と同様にして顔料分散体C6-3を調製した。

【0089】〈顔料分散体C6-4〉A1液の代わりにAB1液を、B1液の代わりにB2液を使用する以外はC6-2と同様にして顔料分散体C6-4を調製した。

【0090】実施例7

〈顔料分散体C7-1〉A1液、B3液、H2液を各々別の容器に入れ、それぞれ容器の周囲から氷冷して、液温0～10℃にする。次いでT. K. ロボミックス（前出）の攪拌部としてパイプラインホモミキサーを改造したものとA1液、B3液、H2液をそれぞれポンプを介して接続する（図8）。まずH2液側のポンプを起動してH2液をパイプラインホモミキサーに供給する。続いてパイプラインホモミキサーの回転数を5000rpmに設定する。その後、A1液、B3液をパイプラインホモミキサーに供給して顔料微粒子を析出させる。

【0091】以降、C1-1と同様にして顔料分散体C7-1を調製した。

〈顔料分散体C7-2〉T. K. ロボミックスに代えて図9にモデル的に示す構造の混合機を用いる以外はC7-1と同様にして顔料分散体C7-2を調製した。なおA1液、B3液及びH2液の添加流量はそれぞれ500ml/min、混合機の流路の管径は1mmとした。

【0092】〈顔料分散体C7-3〉A1液に代えてAB1液を、B3液に代えてB4液を使用する以外はC7-1と同様にして顔料分散体C7-3を調製した。

【0093】〈顔料分散体C7-4〉A1液に代えてAB1液を、B3液に代えてB4液を使用する以外はC7-2と同様にして顔料分散体C7-4を調製した。

(10)

特開2002-322404

17

## 【0094】比較例1

〈顔料分散体D1〉A1液のB1液への添加を液中としない(図10)以外はC1-1と同様にして顔料分散体D1を調製した。

## 【0095】比較例2

〈顔料分散体D2〉容量約4Lの容器にH1液を入れ、容器の周囲から水冷し、液温0〜10℃にする。T. K. ロボミックス(前出)の攪拌部としてホモミキサーを用いてH1液を5000rpmで攪拌する。液中添加とはせずにAB2液をH1液にローラーポンプで30分

## 【0096】実施例8

〈顔料分散体C8-1〉容量約4Lの容器にH1液を入れ、容器の周囲から水冷し、液温0〜10℃にする。次いでT. K. ロボミックス(前出)の攪拌部としてホモミキサーを用いてH1液を5000rpmで攪拌する。液中添加とはせずにAB2液をH1液にローラーポンプで30分

で添加し、顔料微粒子を析出させる。その後、1μmのメンブレンフィルターで加圧濾過を行って濃度5%の顔料分散体D2を得た。

## 【0097】実施例8

〈顔料分散体C8-1〉容量約4Lの容器にH1液を入れ、容器の周囲から水冷し、液温0〜10℃にする。次いでT. K. ロボミックス(前出)の攪拌部としてホモミキサーを用いてH1液を5000rpmで攪拌する。液中添加とはせずにAB2液をH1液にローラーポンプで30分

## 【0098】実施例9

〈顔料分散体C9-1〉容量約4Lの容器にH1液を入れ、容器の周囲から水冷し、液温0〜10℃にする。次いでT. K. ロボミックス(前出)の攪拌部としてホモミキサーを用いてH1液を5000rpmで攪拌する。液中添加とはせずにAB2液をH1液にローラーポンプで30分

で添加し、顔料微粒子を析出させる。その後、1μmのメンブレンフィルターで加圧濾過を行って濃度5%の顔料分散体D2を得た。

【0100】顔料微粒子が析出した溶液を、ポンプを用いてミル内滞留時間が10分間となる様に、0.3mm径のジルコニアピース(前出)を内容積の80%充填したメディア型分散機(前出)に供給し、ミル周速13m/sにて分散を行うことにより濃度5%の顔料分散体C9-1を得た。

## 【0101】実施例10

## 〈顔料分散体C10-1〉

(AB3液の調製) C. I. ピグメントレッド122

18

(前出) 50gと顔料誘導体1の8.38gとポリビニルピロリドン(東京化成社製 K15 分子重10,000) 50gをDMSO 818.93gと10%NaOH水溶液275.93gの混合溶液に溶解させ、1μmのミリポアフィルターで濾過した液をAB3液とする。

【0103】(顔料分散体C10-1の調製) AB2液に代えてAB3液を使用する以外はC8-2と同様にして顔料分散体C10-1を調製した。

## 【0104】(顔料分散体C10-2)

(AB4液の調製) C. I. ピグメントレッド122(前出) 50gと顔料誘導体1の8.38gとポリビニルピロリドン(前出) 25gをDMSO 818.93gと10%NaOH水溶液275.93gの混合溶液に溶解させ、1μmのミリポアフィルターで濾過した液をAB4液とする。

【0105】(H3液の調製) 水1925.0gに酢酸39.34gとポリビニルピロリドン(前出) 25gを加えたものをH3液とする。

【0106】(顔料分散体C10-2の調製) AB2液に代えてAB4液を、H1液に代えてH3液を使用する以外はC8-2と同様にして顔料分散体C10-2を調製した。

## 【0107】(顔料分散体C10-3)

(H4液の調製) 水1925.0gに酢酸39.34gとポリビニルピロリドン(前出) 50gを加えたものをH4液とする。

【0108】(顔料分散体C10-3の調製) H1液に代えてH4液を使用する以外はC8-2と同様にして顔料分散体C10-3を調製した。

## 【0109】実施例11

〈顔料分散体C11-1〉容量約4Lの容器にH1液を入れ、容器の周囲から水冷し、液温0〜10℃にする。次いでT. K. ロボミックス(前出)の攪拌部としてホモミキサーを用いてH1液を5000rpmで攪拌する。液中添加とはせずにAB3液をH1液にローラーポンプで30分

で添加した。この時図13に示す様な装置構成で脱塩操作と分離操作を同時に行うことにより濃度5%の顔料分散体C11-1を得た。

【0110】(顔料分散体C11-2) 図14に示す様な装置構成にした以外はC11-1と同様にして顔料分散体C11-2を調製した。

【0111】(顔料分散体の評価) 得られた各顔料分散体について以下の評価を行った。

【0112】(顔料分散体の1次粒径) 顔料分散体を透過型電子顕微鏡で観察し、無作為に粒子1,000個の長径を測定し、平均粒径を算出した。

【0113】(顔料分散体の分散粒径) ゼータサイザー1000(マルバーン社製)を用いて、分散粒径を測定した。

【0114】

(11)

特開2002-322404

19

20

(インクの調製)

顔料分散体  
ジエチレングリコール  
グリセリン  
ベレックスOT-P (花王 (株) 製)  
プロキセルGXL (ゼネカ社製)

160 g  
180 g  
80 g  
5 g  
2 g

からなる組成でイオン交換水で1000gに仕上げ、1  
μmのミリポアフィルターを2度通過させて顔料インク  
を調製した。

【0115】(分散安定性の評価) インク100mlを  
蒸発が起こらない様に密閉したサンプル瓶に入れ、60  
℃の恒温槽に1週間載置し、ゼータサイザー1000  
(前出) を使用して粒径変化率を求め、

○: 粒径変化率が10%未満

△: 粒径変化率が10~50%

×: 粒径変化率が50%を超える  
で評価した。

【0116】(記録媒体への記録) ノズル粒径20μ

m、駆動周波数12kHz、1色当たりのノズル数12\*

\*8. 同色ノズル密度180dpi (dpiとは2.54  
cm当たりのドット数を表す。) であるピエゾ型ヘッド  
を搭載し、最大記録密度720×720dpiのオンデ  
マンド型のインクジェットを使用して、インクジェット  
用OHPシートに反射濃度1.0を与える均一画像パタ  
ーンを作成した。

【0117】(透明性の評価) 得られた画像パターン  
を、男性11人、女性11人に見てもらい、評価の良い  
ものを5点、悪いものを1点として5段階で評価した。

【0118】以上の結果を表1に示す。

【0119】

【表1】

顔料分散体	1次粒径 [nm]	分散粒径 [nm]	分散安定性	透明性評価	備 考
C1-1	24.5	97.1	○	3	本発明
C1-2	24.2	96.5	○	3	本発明
C2	24.1	96.3	○	4	本発明
C3-1	24.8	98.0	△	3	本発明
C3-2	23.8	96.1	○	4	本発明
C3-3	23.6	96.0	○	4	本発明
C4-1	23.1	95.1	△	4	本発明
C4-2	22.3	94.5	○	3	本発明
C4-3	22.5	95.1	△	3	本発明
C5-1	22.3	94.3	○	4	本発明
C5-2	22.1	94.2	○	4	本発明
C6-1	21.2	93.8	○	3	本発明
C6-2	21.5	94.1	○	3	本発明
C6-3	20.3	93.4	○	4	本発明
C6-4	21.0	93.7	○	4	本発明
C7-1	19.1	92.2	○	4	本発明
C7-2	19.5	92.3	○	5	本発明
C7-3	18.3	90.1	○	4	本発明
C7-4	18.5	90.3	○	5	本発明
D1	33.1	120.0	×	2	比較例
D2	37.3	142.2	×	2	比較例
C8-1	27.4	98.0	△	3	本発明
C8-2	25.2	97.3	○	4	本発明
C9-1	28.3	93.5	△	3	本発明
C9-2	25.1	94.3	○	4	本発明
C10-1	17.2	90.4	○	3	本発明
C10-2	17.9	91.0	○	4	本発明
C10-3	18.1	90.8	△	4	本発明
C11-1	16.5	88.3	○	5	本発明
C11-2	15.4	79.8	○	5	本発明

【0120】表1から本発明に係る顔料分散体は1次粒 50 径及び分散粒径が小さく、作製した顔料インクの分散安

(12)

特開2002-322404

21

定性に優れ、そのインクを用いて形成される画像は透明性に優れていることが解る。

【0121】

【発明の効果】本発明によれば、1次粒径が小さい顔料分散体を得ることができ、それを用いた顔料インクは分散安定性に優れ、透明性に優れた画像を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】請求項1、2及び3に係る方法のプロセス図。

【図2】請求項4に係る方法のプロセス図。

【図3】請求項5、6に係る方法のプロセス図。

【図4】請求項7に係る方法のプロセス図。

【図5】請求項8に係る方法のプロセス図。

【図6】請求項12、13に係る方法のプロセス図。

【図7】本発明に用いる混合機の構造の1例を示す図。\*

22

\* 【図8】請求項14、15に係る方法のプロセス図。

【図9】3液を混合する混合機の構造の1例を示す図。

【図10】比較の方法のプロセス図。

【図11】請求項16に係る方法のプロセス図。

【図12】請求項17に係る方法のプロセス図。

【図13】請求項16、17に係る他の方法のプロセス図。

【図14】請求項16、17に係る更に他の方法のプロセス図。

10 【符号の説明】

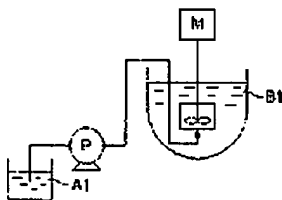
A1 顔料を溶解させた溶液

B1～B5 顔料誘導体を溶解させた溶液

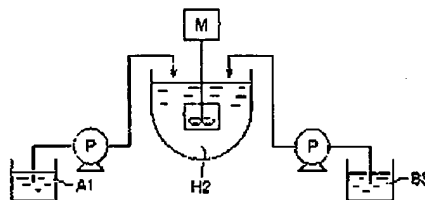
AB1～AB4 顔料誘導体を含む顔料を溶解させた溶液

H1～H4 水性媒体

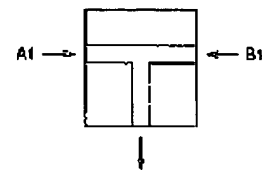
【図1】



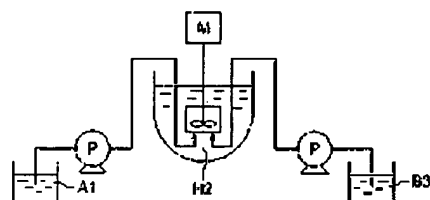
【図2】



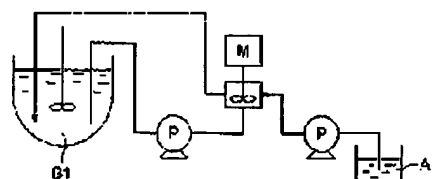
【図7】



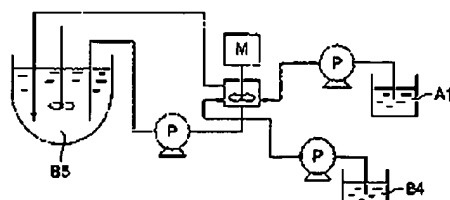
【図3】



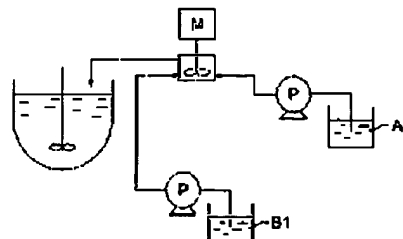
【図4】



【図5】



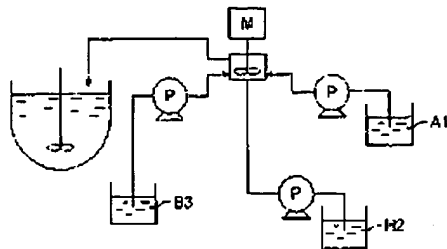
【図6】



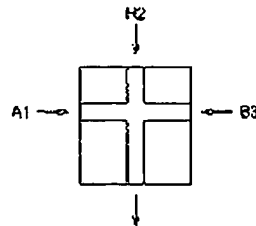
(13)

特開2002-322404

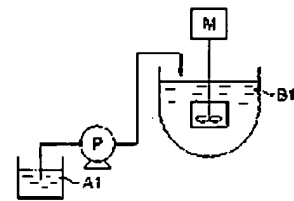
【図8】



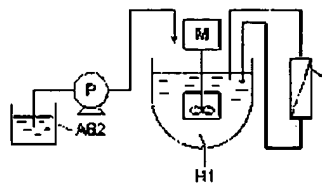
【図9】



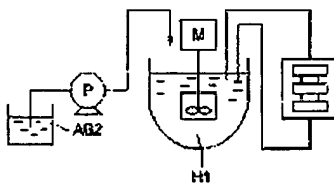
【図10】



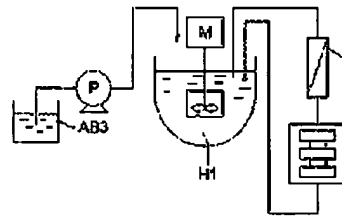
【図11】



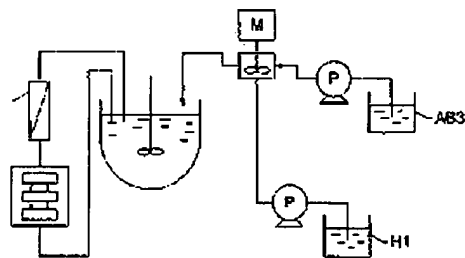
【図12】



【図13】



【図14】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.

C09D 7/14

11/00

識別記号

F I

C09D 11/00

B41J 3/04

サーチコード(参考)

101Y

(14)

特開2002-322404

F ターム(参考) 2C056 FC02 FC04  
2H086 BA01 BA53 BA55  
4J037 AA30 CA08 CA10 CA19 CA20  
CB04 CB08 CB15 CB17 CB19  
CB21 CB28 CC01 CC02 CC11  
CC12 CC13 CC15 CC16 DD05  
EE28 EE43 FF02 FF15  
4J038 KA08 LA06 NA01 NA26  
4J039 AB01 AB02 AB07 AD02 AD03  
AD06 AD08 AD09 AD10 AD23  
BC07 BC11 BE01 BE12 BE22  
CA06 EA33 EA44 GA24

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-322404

(43)Date of publication of application : 08.11.2002

(51)Int.Cl.

C09D 17/00  
B41J 2/01  
B41M 5/00  
C09B 67/20  
C09B 67/46  
C09D 7/14  
C09D 11/00

(21)Application number : 2001-127641

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 25.04.2001

(72)Inventor : HOSHINO HIDEKI

ITO SATOSHI

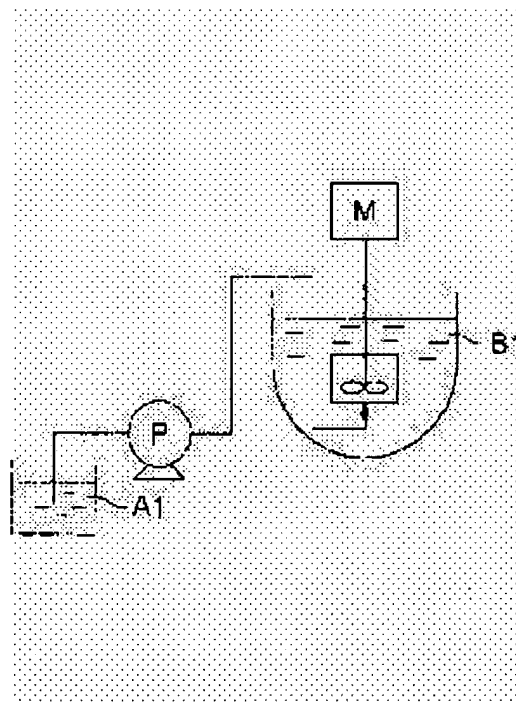
NAKAMURA MASAKI

(54) METHOD FOR PRODUCING PIGMENT DISPERSION AND INK FOR INKJET CONTAINING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing pigment dispersion having primary particles with a time diameter, and pigment ink for inkjet having good transparency of an image and excellent in disperse stability.

SOLUTION: This method for producing the pigment dispersion comprises adding a pigment solution, to a solution in which a pigment derivative having an anionic group is dissolved, retained in a reacting vessel having stirring means.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



JAPANESE

[JP,2002-322404,A]

---

CLAIMS DETAILED DESCRIPTION TECHNICAL FIELD PRIOR ART EFFECT OF THE  
INVENTION TECHNICAL PROBLEM MEANS EXAMPLE DESCRIPTION OF DRAWINGS  
DRAWINGS

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] Especially this invention relates to the manufacture approach of a pigment dispersing element that a suitable pigment dispersing element to adopt it as the ink for ink jet record is obtained.

[0002]

[Description of the Prior Art] The ink jet record approach makes the minute drop of coloring ink fly by various working principles, is made to adhere to a record medium, and records an image, an alphabetic character, etc. a high-speed output is comparatively possible and the low noise, a low running cost, and multiple-color-izing are easy -- etc. -- it has the advantage.

[0003] Moreover, high-definition-izing for which the film photo of the ink jet print using color ink as a coloring agent is pressed, and low-pricing of equipment are accelerating spread by technical progress in recent years.

[0004] The color is meltable to a solvent and the coloring matter molecule is colored in the state of a molecule condition or a cluster. Therefore, since the environment of each molecule is alike, the absorption spectrum is sharp and shows clear coloring by the high grade. Furthermore, since there is no corpuscular character and the scattered light and the reflected light do not occur, transparency is high and a hue is also clear.

[0005] However, since reduction in molecularity is reflected in coloring concentration as it is on the other hand when a molecule is destroyed by photochemical reaction etc., lightfastness is bad. Although the ink jet record image using color ink is high definition, deterioration of the image quality by preservation with the passage of time is large, and the actual condition is that the technique which exceeds a film photo in the viewpoint of image shelf life has not yet appeared.

[0006] Pigment ink using a pigment with good lightfastness as a coloring agent is used to color ink as ink for the applications which need an image strong against fading by light. However, unlike a color, since a pigment is water-insoluble nature, it exists as a particle in ink. Since the image which for this reason is easy to receive dispersion of light and does not have a feeling of transparence was given, there was a fault which is less than a color in respect of color repeatability.

[0007] In order to conquer this fault, the improvement in color reproduction is tried using ink with a small distributed particle size obtained by distributing a pigment with a small primary particle size. However, generally, distribution of a pigment becomes difficult and has adverse effects, such as viscosity lifting, so that a primary particle becomes small. As a technique for avoiding it, the technique which reforms a pigment front face by the pigment derivative, mineral salt, etc. is known for the coating field. It melts to the sulfuric acid which specifically mills at an elevated temperature for a long time using a mill, and there is the approach of pasting underwater. Moreover, with the Quinacridone system pigment, the technique which dissolves and pastes a pigment derivative on the alkali solvent of DMSO with Quinacridone is also opened to JP,54-135821,B and JP,5-230384,A.

[0008] However, these techniques were techniques for the object which obtains the high distributed

object of the polymer content of non-drainage systems, such as a coating, or a drainage system, and like ink jet ink, when [ that viscosity was low ] polymer content was extremely low, they were not able to use those techniques as they were. For the reason, the macromolecule dispersant in ink had to be increased, and it had not resulted that the regurgitation stability of recording ink is inferior with viscosity lifting of recording ink etc. until it solved the fundamental problem as an ink jet.

[0009] Although these people proposed about the pigment derivative which is an application for patent 2000-377068, and has an anionic radical, and the pigment dispersing element using a pigment, it has come [ moreover, ] to fulfill desired quality.

[0010]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention is made in view of the above-mentioned situation, it is offering the manufacture approach of a pigment dispersing element with small primary particle and distributed particle size, and it is [ the object has the still better feeling of transparence of an image, and ] offering the pigment ink for ink jets excellent in distributed stability.

[0011]

[Means for Solving the Problem] In order that this invention person may solve the above-mentioned technical problem, as a result of repeating research wholeheartedly, by mixing the pigment derivative which has an anionic radical, and a pigment and an aquosity medium under a specific approach and conditions, the generated pigment dispersing element had a primary particle and a small distributed particle size, and its compatibility was high in water, and it found out giving a water distribution object with high distributed stability.

[0012] That is, this invention is 1. Were held in the reaction container which has a churning means. The solution in which the manufacture approach of the pigment dispersing element which adds among liquid the solution made to dissolve a pigment in the solution in which the pigment derivative which has an anionic radical was dissolved, and said pigment were dissolved contains said pigment derivative, 2) The manufacture approach of the pigment dispersing element which adds among liquid the solution made to dissolve the pigment derivative and pigment which have an anionic radical in the aquosity medium held in the reaction container which has a churning means, 3) Another addition line is respectively used for the aquosity medium held in the reaction container which has a churning means. The manufacture approach of the pigment dispersing element which adds the solution in which the solution in which the pigment derivative which has an anionic radical was dissolved, and the pigment were dissolved, and said addition are addition to an aquosity medium among liquid, That the solution in which said pigment was dissolved contains said pigment derivative, 4) It has the circulation path which circulates through the solution in which the pigment derivative which has an anionic radical in the container exterior was dissolved. The manufacture approach of the pigment dispersing element which adds the solution which has mixed equipment in the middle of this circulation path, and was made to dissolve a pigment in this mixed equipment, The solution in which the pigment derivative prepared beforehand was dissolved apart from the solution which used another addition line for said mixed equipment respectively, and was made to dissolve said pigment derivative in it, and the solution in which said pigment was dissolved are added, That the solution in which said pigment was dissolved contains said pigment derivative, 5) It has the circulation path which circulates through an aquosity medium to the container exterior. It is alike, have mixed equipment and the addition line according to each provided to this mixed equipment is used. this circulation path -- on the way -- The solution in which the manufacture approach of the pigment dispersing element which adds the solution in which the solution made to dissolve the pigment derivative which has an anionic radical in this mixed equipment, and the pigment were dissolved, and said pigment were dissolved contains said pigment derivative, 6) Have mixed equipment in the container exterior and the addition line according to each provided to this mixed equipment is used. The solution in which the manufacture approach of the pigment dispersing element which adds the solution which dissolved the solution which dissolved the pigment derivative which has an anionic radical in this mixed equipment, and the pigment, and said pigment were dissolved contains a pigment derivative, 7) Have mixed equipment in the container exterior and the addition line according to each provided to this mixed equipment is used. The solution in which the manufacture approach, said aquosity medium, and/or said

pigment of the pigment dispersing element which adds the solution which dissolved the solution which dissolved the pigment derivative which has an aqueous medium and an anionic radical in this mixed equipment, and the pigment were dissolved contains said pigment derivative, 8) The manufacture approach of a pigment dispersing element of having a demineralization process after the time of manufacture, and/or manufacture using the pigment derivative and pigment which have an anionic radical, 9) The manufacture approach of a pigment dispersing element of having a distributed process after the time of manufacture, and/or manufacture using the pigment derivative and pigment which have an anionic radical, 10) The manufacture approach of a pigment dispersing element that at least one side of the solution in which the solution object and this pigment in which this pigment derivative was dissolved were dissolved using the pigment derivative which has an anionic radical, and the pigment contains an aqueous polymer, 11) The ink for ink jet record containing the pigment dispersing element manufactured by the manufacture approach of either 1 thru/ or 10 is considered as the configuration.

[0013] Hereafter, this invention is explained in full detail. The pigment derivative which has an anionic radical concerning this invention means what the anionic radical has combined through a fastener directly with the organic substance which has an organic pigment mother nucleus.

[0014] As an anionic radical, although a sulfonic group, a carboxylic-acid radical, a phosphate group, a boric acid radical, and a hydroxyl group are mentioned, it is a sulfonic group and a carboxylic-acid radical preferably, and is a sulfonic group still more preferably.

[0015] Although polycyclic type pigment mother nuclei, such as an anthraquinone mother nucleus, a dioxazine mother nucleus, a thioindigo mother nucleus, the Quinacridone mother nucleus, a phthalocyanine mother nucleus, a perylene pigment mother nucleus, an isoindolinone pigment mother nucleus, and a kino FUTARON pigment mother nucleus, and the pigment which has azo are mentioned as an organic pigment mother nucleus, it is the Quinacridone mother nucleus, a phthalocyanine mother nucleus, and an anthraquinone mother nucleus preferably, and they are the Quinacridone mother nucleus and a phthalocyanine mother nucleus still more preferably.

[0016] As a pigment derivative which has the Quinacridone mother nucleus, sulfo Quinacridone, disulfo Quinacridone, carboxy Quinacridone, dicarboxy Quinacridone, sulfophenylamino sulfonyl Quinacridone, sulfo butylamino sulfonyl Quinacridone, etc. are mentioned, and a sulfo phthalocyanine, a disulfo phthalocyanine, a tetra-sulfo phthalocyanine, a dicarboxy phthalocyanine, a tetra-carboxy phthalocyanine, etc. are mentioned as a pigment derivative which has a phthalocyanine mother nucleus.

[0017] As a pigment derivative which has azo, it is C.I.Pigment. The sulfonation object of Yellow74, C.I.Pigment Yellow The sulfonation object of 128 etc. As a pigment derivative which has an isoindolinone mother nucleus, it is C.I.Pigment. The sulfonation object of Yellow109 etc. As a pigment derivative which has an anthraquinone mother nucleus, it is C.I.Pigment. The sulfonation object of Red168 etc. As a pigment derivative which has a peri non mother nucleus, it is C.I.Pigment. Orange The sulfonation object of 168 etc. is the pigment derivative which is mentioned, respectively and has the Quinacridone mother nucleus preferably especially.

[0018] A fastener points out a divalent connection radical. Specifically The alkenylene group which is not permuted [ the alkylene group which is not permuted / a permutation or /, a permutation, or ], The heterocycle radical which is not permuted [ the phenylene group which is not permuted / a permutation or /, a permutation, or ] (Hula NIREN radical, PIORIREN radical, imidazo RIREN radical, etc. and -) O-, -COO-, -OCO-, -SO2-, -SO-, -SO2NH-, -NHCO-, -CONH-, -S-, and the connection radical that combined these are mentioned. [ for example, ]

[0019] An anionic radical may be free or in the condition of a salt is sufficient as it. As a counter salt, mineral salt (a lithium, sodium, a potassium, magnesium, calcium, aluminum, nickel, ammonium) and organic salt (triethyl ammonium, diethyl ammonium, pyridinium, triethanol ammonium, etc.) are mentioned. It is the counter salt which has a desirable univalent valence.

[0020] Although these pigment derivatives are easily compoundable by the well-known approach, the approach to which a pigment is made to react with the amine after sulfonyl-chloride-izing using sulfonation by sulfonation agents, such as a sulfuric acid and the Krol sulfuric acid, and the Krol sulfuric acid, or the approach a sulfonic acid compounds a pigment using the intermediate field in which close is

beforehand is used.

[0021] The pigment derivative which has an anionic radical concerning this invention is a pigment with which the pigment derivative and pigment with which that it is the same frame as a pigment has an anionic radical desirable still more preferably have the Quinacridone mother nucleus, and, as for a pigment, it is still more desirable to dissolve in an alkaline aprotic polar solvent and to consider as a solution.

[0022] Moreover, it is desirable that the neutralizer which is sufficient for neutralizing a pigment solution is contained in an aqueous medium.

[0023] An aqueous medium means the medium which uses water as a principal component. Into this aqueous medium, the water-soluble organic solvent which dissolves in water may be added. As a concrete example of a water-soluble organic solvent, water-soluble alcohols for example, a methanol, ethanol, 1-propanol, and 2-propanol -- A butanol, an iso-butanol, a sec-butanol, a tert-butanol, A pentanol, a hexanol, a cyclohexanol, benzyl alcohol, etc., water-soluble polyhydric alcohol (for example, ethylene glycol and a diethylene glycol --) Triethylene glycol, a polyethylene glycol, propylene glycol, Water-soluble ketones (acetone etc.), such as dipropylene glycol, a polypropylene glycol, a butylene glycol, hexandiol, pentanediol, a glycerol, hexane triol, and thiodiglycol, are mentioned.

[0024] The pigment used by this invention points out the organic pigment which has a color, and, specifically, organic pigments, such as color lakes, such as polycyclic type pigments, such as the Quinacridone system pigment, phthalocyanine pigment, an azo pigment, a perylene pigment, an anthraquinone pigment, a dioxane gin pigment, a thioindigo pigment, an isoindolinone pigment, and a kino FUTARON pigment, and a basic dye mold lake, an acid-dye mold lake, and a nitro pigment, a nitroso pigment, aniline black, a daylight fluorescent pigment, are mentioned.

[0025] A concrete organic pigment is illustrated below. As a pigment for a Magenta or red C. I. pigment red 2, C.I. pigment red 3, C.I. pigment red 5, C.I. pigment red 6, C.I. pigment red 7, C.I. pigment red 15, C.I. pigment red 16, and C.I. pigment red 48: 1, C.I. pigment red 53: 1, C.I. pigment red 57: 1, the C.I. pigment red 122, the C.I. pigment red 123, the C.I. pigment red 139, the C.I. pigment red 144, the C.I. pigment red 149, the C.I. pigment red 166, the C.I. pigment red 177, C. I. pigment red 178 and C.I. pigment red 222 grade are mentioned.

[0026] As a pigment for Orange or yellow C. I. pigment Orange 31, C.I. pigment Orange 43, the C.I. pigment yellow 12, the C.I. pigment yellow 13, the C.I. pigment yellow 14, the C.I. pigment yellow 15, C.I. pigment yellow 17, C. I. pigment yellow 93, the C.I. pigment yellow 94, the C.I. pigment yellow 128, and C.I. pigment yellow 138 grade are mentioned.

[0027] As a pigment for Green or cyanogen, the C.I. pigment blue 15, the C.I. pigment blue 15:2, the C.I. pigment blue 15:3, the C.I. pigment blue 16, the C.I. pigment blue 60, and C.I. pigment Green 7 grade are mentioned.

[0028] As a solvent which dissolves these pigments, an acidic solvent and an alkaline aprotic polar solvent are mentioned.

[0029] As an acidic solvent, a sulfuric acid and sulfonic-acid system solvents (for example, methansulfonic acid, an ethane SURUON acid, etc.) are mentioned.

[0030] An alkaline aprotic polar solvent means the aprotic polar solvent containing the water solution of an alkaline substance (for example, a sodium hydroxide, a potassium hydroxide).

[0031] As an aprotic polar solvent, amides (for example, a formamide, N,N-dimethylformamide, N,N-dimethylacetamide, etc.), heterocycles, sulfoxides (for example, 2-pyrrolidone, a N-methyl-2-pyrrolidone, an N-cyclohexyl-2-pyrrolidone, 2-oxazolidone, 1,3-dimethyl-2-imidazolidinone, etc.), sulfones (for example, dimethyl sulfoxide etc.) (for example, sulfolane etc.), an acetonitrile, etc. are mentioned. Preferably, they are amides, sulfoxides, and an acetonitrile.

[0032] As for the addition of a pigment derivative, less than [ more than 0.1mol%50mol% ] is desirable to the dissolved pigment. Less than [ 0.1mol% ], the effectiveness which controls growth and condensation of a pigment particle decreases, and effectiveness to the extent that it expects that 50-mol% is exceeded is not acquired.

[0033] Although not restricted, especially as for the temperature when adding the solution of the

dissolved pigment into the aqueous medium which dissolves or distributes the pigment derivative which has an anionic radical, the range of 0 degree C - 80 degrees C is mentioned preferably. At less than 0 degree C, if the water in a hydrophilic medium may freeze over and 80 degrees C is exceeded, growth of a pigment particle will become remarkably quick and a desired particle size will not be obtained.

[0034] Especially a limit does not have the churning means of the reaction container concerning this invention, and it can use the usual impeller. A paddle aerofoil, a bow paddle aerofoil, a dip paddle aerofoil, a propeller aerofoil, a turbine blade, a bloomers gin aerofoil, an anchor aerofoil, a screw-axis aerofoil, spiral \*\*\*\*, a dissolver aerofoil, a gay mixer aerofoil, etc. are mentioned. It is desirable to use the axial flow mold impeller which can generate the flow to shaft orientations strongly with the thrust of the direction of a revolving shaft among these.

[0035] In mixing of a pigment solution, in order to perform more uniform mixing, it is desirable that it is a turbulent flow substantially. A turbulent flow is defined by the number of Reynolds (Re). In D and a rate, the typical die length of the body in flow will be defined as the Reynolds number with the dimensionless number which becomes  $Re = DU \rho / \eta$ , if U and a consistency are set to  $\rho$  and coefficient of viscosity is set to  $\eta$ .

[0036] Generally, the time of  $Re < 2300$  is called laminar flow and a transient region and the time of  $Re > 3000$  are called turbulent flow for  $2300 < Re < 3000$ . substantial -- a turbulent flow --  $Re > 3000$  -- pointing out -- desirable --  $Re > 5000$  -- it is  $Re > 10000$  more preferably. It is desirable to mix with the 3000 or more Reynolds numbers in this invention, and 5000 or more are still more desirable.

[0037] As for addition of a pigment solution, it is desirable to add in the location which does not have the stagnation in the flow of liquid, and adding in the liquid near the impeller is more desirable.

Moreover, although \*\*\*\*\* [ the number of the addition nozzles of a pigment solution / one ], it is more desirable for two or more to exist.

[0038] The dynamic mixing equipment which has an agitator inside is sufficient as the mixed equipment concerning this invention, and the static mixing equipment which does not have an agitator is sufficient as it. It is characterized by for all the shafts of tubing which discharges all supply pipes and depositing pigments concentrating at the same point in the case of static mixing equipment, and not having an agitator inside tubing. For example, a T character mold may be used and a Y shape is sufficient.

Although 1 or every 1 are sufficient as the number of a pigment solution and a pigment derivative solution, and the nozzles that introduce an aqueous medium further also in static mixing equipment also in dynamic mixing equipment, it is [ being / two or more / or ] more desirable for two or more to exist at a time.

[0039] In the static mixing equipment concerning this invention, the rate (m/sec) of the body which moves in the inside of nozzle tubing is called linear velocity, and 5 or more m/sec is 10 or more m/sec 100 or less m/sec especially preferably.

[0040] In this invention, a demineralization process shows the process which removes salts, such as sodium produced after the time of manufacture of this pigment dispersing element, and/or manufacture, and an acidic solvent and an alkaline aprotic polar solvent in the manufacture approach of the pigment derivative which has an anionic radical, and the pigment dispersing element using a pigment. As the demineralization approach, various approaches, such as a centrifuge method, flotation, a sedimentation method, an ultrafiltration method, and an electrodialysis process, are used preferably. In this invention, an ultrafiltration method is mentioned as a more desirable approach.

[0041] In this invention, whenever [ demineralization ] has 3,000 or less desirable micrometer/cm as conductivity of a solution, its 1,000 or less micrometer/cm is more desirable, and its 500 or less micrometer/cm is still more desirable.

[0042] The distributed process concerning this invention shows the process which unfolds the pigment particle condensed after the time of manufacture of this pigment dispersing element, and/or manufacture in the manufacture approach of the pigment derivative which has an anionic radical, and the pigment dispersing element using a pigment. As the distributed approach, various approaches, such as DISUPA, a sand mill, a homogenizer, a ball mill, and a paint shaker, are used preferably. In this invention, a sand mill is mentioned as a more desirable approach.

[0043] Naturally-occurring polymers are mentioned as a desirable example of an aqueosity polymer. As the example Protein, such as glue, gelatin, GAZEIN, or albumin Glucosides, such as natural rubber, such as gum arabic or tragacanth gum, and Savo Nin An alginic acid and propylene glycol alginate, alginic-acid triethanolamine, Or cellulotics, such as alginic-acid derivatives, such as ammonium alginate, methyl cellulose, a carboxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, or an ethyl hydroxyl cellulose, are mentioned.

[0044] Synthetic macromolecule is mentioned as a desirable example of an aqueosity polymer. Furthermore, polyvinyl alcohol A polyvinyl-pyrrolidones, polyacrylic acid, and acrylic-acid-acrylic nitril copolymer, An acrylic-acid potassium-acrylic nitril copolymer, a vinyl acetate-acrylic ester copolymer, Or acrylic resin, such as an acrylic-acid-acrylic ester copolymer, A styrene-acrylic-acid copolymer, a styrene-methacrylic-acid copolymer, A styrene-methacrylic-acid-acrylic ester copolymer, a styrene-alpha-methyl-styrene-acrylic-acid copolymer, Or styrene acrylic acid resin, such as a styrene-alpha-methyl-styrene-acrylic-acid-acrylic ester copolymer, A styrene-maleic-acid copolymer, a styrene maleic anhydride copolymer, A vinyl naphthalene-acrylic-acid copolymer, a vinyl naphthalene-maleic-acid copolymer, And vinyl acetate system copolymers and those salts, such as a vinyl acetate-ethylene copolymer, a vinyl acetate-fatty-acid vinyl ethylene copolymer, a vinyl acetate-maleate copolymer, a vinyl acetate-crotonic-acid copolymer, and a vinyl acetate-acrylic-acid copolymer, are mentioned. In these, polyvinyl pyrrolidones are especially mentioned as a desirable example.

[0045] As for the molecular weight of a polymer, 200,000 or less [ 1,000 or more ] are desirable. Furthermore, 20,000 or less [ 3,000 or more ] are more desirable. Less than 1,000, the effectiveness which controls growth and condensation of a pigment particle decreases, and if 200,000 is exceeded, it will become easy to generate the problem of viscosity lifting and the poor dissolution.

[0046] Below 1,000 mass % of the addition of a polymer is desirable more than 10 mass % to the dissolved pigment. Furthermore, below 200 mass % is more desirable more than 50 mass %. Under 10 mass %, the effectiveness which controls growth and condensation of a pigment particle decreases, and if 1000 mass % is exceeded, it will become easy to generate the problem of viscosity lifting and the poor dissolution.

[0047] Although distributed stability will improve considerably from the conventional thing if the pigment dispersing element obtained by this invention is used, the case of lack may make a surfactant and a macromolecule dispersant still contain if needed. Although especially the class of a surfactant and macromolecule dispersant is not restricted, as a surfactant preferably used with the surfactant of an anion system or the Nonion nature, and a macromolecule dispersant, the Nonion nature surfactants, such as anionic surfactants, such as dialkyl sulfo succinate, alkyl naphthalenesulfonate, and fatty-acid salts, polyoxyethylene alkyl ether, polyoxyethylene alkyl aryl ether, acetylene glycols, and polyoxyethylene polyoxypropylene block copolymers, are mentioned, for example. A polystyrene-acrylic-acid copolymer etc. is mentioned as an example of a giant-molecule dispersant.

[0048] As an ink solvent which can be used for the ink of this invention a water-soluble organic solvent -- desirable -- concrete -- alcohols (for example, a methanol --) Ethanol, 1-propanol, 2-propanol, n-butanol, i-butanol, a sec-butanol, a tert-butanol, a pentanol, Polyhydric alcohol, such as a hexanol, a cyclohexanol, and benzyl alcohol for example, ethylene glycol, a diethylene glycol, and triethylene glycol -- A polyethylene glycol, propylene glycol, dipropylene glycol, A polypropylene glycol, a butylene glycol, hexandiol, Pentanediol, a glycerol, hexane triol, thiodiglycol, etc., polyhydric-alcohol ether (for example, ethylene glycol monomethyl ether --) Ethylene glycol monoethyl ether, ethylene glycol monobutyl ether, Ethylene glycol monophenyl ether, the diethylene-glycol monomethyl ether, Diethylene glycol monoethyl ether, the diethylene-glycol monobutyl ether, Diethylene-glycol wood ether, propylene glycol monomethyl ether, The propylene glycol monobutyl ether, ethylene glycol monomethyl ether acetate, The triethylene glycol monomethyl ether, the triethylene glycol monoethyl ether, The triethylene glycol monobutyl ether, triethylene glycol wood ether, The dipropylene glycol monopropyl ether, tripropylene glycol wood ether, etc., amines (for example, ethanolamine, diethanolamine, and triethanolamine --) N-methyldiethanolamine, N-ethyl diethanolamine, a morpholine, N-ethyl morpholine, ethylenediamine, diethylenediamine, triethylenetetramine,

Tetraethylenepentamine, polyethyleneimine, pentamethyl diethylenetriamine, amides (for example, a formamide --), such as tetramethyl propylenediamine N,N-dimethylformamide, N,N-dimethylacetamide, etc., heterocycles (for example, 2-pyrrolidone and a N-methyl-2-pyrrolidone --) An N-cyclohexyl-2-pyrrolidone, 2-oxazolidone, 1,3-dimethyl-2-imidazolidinone, etc., Sulfoxides, sulfones (for example, dimethyl sulfoxide etc.) (for example, sulfolane etc.), sulfonates, ureas (for example, 1-butane sulfonic-acid sodium salt etc.), an acetonitrile, an acetone, etc. are mentioned.

[0049] These ink solvents may be used independently, or it may use together and they may be used. In the ink of this invention, a latex may be added into ink. For example, latexes, such as a styrene-butadiene copolymer, polystyrene, an acrylonitrile-butadiene copolymer, an acrylic ester copolymer, polyurethane, a silicon-acrylic copolymer, and acrylic denaturation fluorine \*\*\*\*, are mentioned. A latex may be distributed even if it distributes a polymer particle using an emulsifier, and without using an emulsifier. Although many surface active agents are used as an emulsifier, it is also desirable to use the polymer (for example, the polymer in which the solubilization radical is carrying out graft association, the polymer obtained from a monomer with a solubilization radical and a monomer with an insoluble part) which has a meltable radical for water, such as a sulfonic group and a carboxylic-acid radical.

[0050] Especially the thing for which a soap free latex is used in the ink of this invention is desirable. A soap free latex points out the thing of the latex using the polymer (for example, the polymer in which the solubilization radical is carrying out graft association, the polymer obtained from a monomer with a solubilization radical, and a monomer with an insoluble part) which has a meltable radical as an emulsifier here to water, such as a latex which is not using the emulsifier and a sulfonic group, and a carboxylic-acid radical.

[0051] The latex which distributed the polymer particle of the core shell type which differed in the presentation in the core and the rim section of a particle in addition to the latex to which the whole particle distributed the uniform polymer particle as a polymer particle of a latex exists in recent years, and this type of latex can also be preferably used in this invention.

[0052] In the ink of this invention, the mean particle diameter of the polymer particle in a latex has 10nm or more desirable 300nm or less, and it is more desirable that it is [ 10nm or more ] 100nm or less. If the mean particle diameter of a latex exceeds 300nm, degradation of the feeling of gloss of an image will take place, and a water resisting property and scratch-proof nature will become being less than 10nm with imperfection. In addition, it can ask for the mean particle diameter of the polymer particle in a latex with the particle-size measuring equipment of marketing which used light scattering measurement, the electrophoresis method, and the laser-doppler method.

[0053] In the ink of this invention, although it is added so that a latex may become below 20 mass % more than 0.1 mass % to the total mass of ink as a solid content addition, especially the thing for which the solid content addition of a latex is made below into 10% mass % more than 0.5 mass % is desirable. If it is difficult for the solid content addition of a latex to demonstrate sufficient effectiveness about a water resisting property under by 0.1 mass % and it exceeds 20 mass %, a problem will arise in respect of ink [ become / buildup of pigment-content powder particle size / lifting of ink viscosity takes place by the passage of time, or / easy to take place ] shelf life in many cases.

[0054] In addition to this, the watercolor pigment ink of this invention may be made to contain antiseptics, an antifungal agent, a viscosity controlling agent, etc. if needed.

[0055] In the ink of this invention, an electrical conductivity modifier can also be used, for example, mineral salt, such as potassium chloride, an ammonium chloride, a sodium sulfate, a sodium nitrate, and a sodium chloride, aquosity amines, such as triethanolamine, etc. are mentioned.

[0056] In the ink of this invention, a viscosity controlling agent, a specific resistance regulator, a coat formation agent, an ultraviolet ray absorbent, an antioxidant, a fading inhibitor, a rust-proofer, antiseptics, etc. can also be further added according to the object of the improvement in many engine performance of regurgitation stability, a print head and ink cartridge compatibility, preservation stability, image shelf life, and others.

[0057] What used resin base materials, such as a polyethylene terephthalate film, as a record medium



used for record instead of a regular paper, coat paper, the detail paper for swelling mold ink jets that prepared the ink absorbing layer which absorbs and swells liquid ink, the detail paper for opening mold ink jets with a porous ink absorbing layer, and a base paper can be used. However, the detail paper for opening mold ink jets or the film for opening mold ink jets demonstrates the most excellent engine performance.

[0058] The detail paper for opening mold ink jets or the film for opening mold ink jets says the record medium with which the opening layer which has ink absorbing power is prepared, and this opening layer is mainly formed of the flocculation of a hydrophilic binder and a non-subtlety particle.

[0059] How to prepare an opening layer is variously known as an approach of forming an opening into a coat. For example, the uniform coating liquid containing two or more sorts of polymers is applied on a base material. How to make carry out phase separation of these polymers mutually in a desiccation process, and form an opening, The coating liquid containing a solid-state particle and a hydrophilic property, or a hydrophobic binder is applied on a base material. How to immerse in the liquid containing water or a suitable organic solvent in an ink jet record form, make dissolve a solid-state particle, and produce an opening after desiccation, After applying the coating liquid containing the compound which has the property which foams at the time of coat formation, The approach of making this compound foam in a desiccation process, and forming an opening into a coat and the coating liquid containing a porosity solid-state particle and a hydrophilic binder are applied on a base material. Although the approach of applying the coating liquid containing the approach of forming an opening between the inside of a porosity particle or a particle, the solid-state particle which has the volume more than equivalent weight in general to a hydrophilic binder and/or a particle oil droplet, and a hydrophilic binder on a base material, and producing an opening between solid-state particles etc. is mentioned When using the ink of this invention, a good result is given even if each is prepared by the approach.

[0060] A method on demand or a continuous method is also available for the ink jet head used by ink jet record. moreover -- as a regurgitation method -- electric-machine conversion method (for example, a single mold cavity mold --) A double mold cavity mold, a vendor mold, a piston mold, a SHIEA mode type, electric-thermal-conversion methods (for example, a thermal ink jet mold --), such as a shared Wall mold Although a bubble jet (trademark) mold etc. can hold electrostatic attraction methods (for example, an electric-field control mold, a slit jet mold, etc.), discharge methods (for example, spark jet mold etc.), etc. as a concrete example, which regurgitation method may be used.

[0061]

[Example] Although an example is given to below and this invention is concretely explained to it, this invention is not limited to these. In addition, in an example, especially, as long as there is no notice, mass % is shown(%).

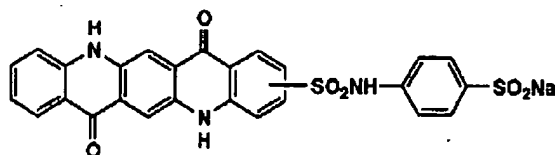
[0062] Example 1 <pigment dispersing element C 1-1> (preparation of A1 liquid) C.I. pigment red 122 ( trade name HOSTAPERM PINKmade from Clariant E) 50g is dissolved in DMSO(Dimethyl sulfoxide)818.93g and the mixed solution of 275.93g of 10%NaOH water solutions, and let the liquid filtered with the 1-micrometer Millipore filter be A1 liquid.

[0063] (Preparation of B1 liquid) The 8.38g pigment derivative 1 is dissolved in 1925.0 g water, and let what added the 39.34 g acetic acid to the liquid filtered with the 1-micrometer Millipore filter be B1 liquid.

[0064]

[Formula 1]

顔料誘導体1



[0065] (Preparation of the pigment dispersing element C 1-1) B1 liquid is put into the container of about

4 capacity L, it ice-cools from the perimeter of a container, and solution temperature is made into 0-10 degrees C. Next, B1 liquid is stirred by 5000rpm, using a homomixer as the stirring section of T.K. ROBOMIKKUSU (special opportunity-ized industrial incorporated company make). A roller pump is used for A1 liquid into the liquid of this B1 liquid, it adds in 30 minutes, and a pigment particle is deposited ( drawing 1 ).

[0066] Subsequently, ultrafiltration membrane ( lab module by Asahi Chemical Industry Co., Ltd. SIP-1013) is made to circulate through the solution with which the pigment particle deposited by the flow rate of 10 L/min using a diaphragm pump (YAMADA CORPORATION, Inc. make DP-10BPT), and it condenses, and by repeating actuation of adding pure water and performing it, it desalts until the conductivity of a solution becomes below 500microS/cm.

[0067] The media mold disperser ( DISPERMAT SL-C12EX mold made from VMA-GETZMANN) with which content volume filled up the zirconia beads (Toray Industries TORESERAMU) of the diameter of 0.3mm 80% was supplied, and the pigment dispersing element C 1-1 of 5% of concentration was obtained by distributing in mill peripheral-speed 13 m/s so that the residence time in a mill might become for 10 minutes using a pump about the solution after demineralization.

[0068] <Pigment dispersing element C 1-2> (preparation of AB1 liquid) C.I. pigment red 122 (above) 50g and 4.19g of the pigment derivative 1 are dissolved in DMSO818.93g and the mixed solution of 275.93g of 10%NaOH water solutions, and let the liquid filtered with the 1-micrometer Millipore filter be AB1 liquid.

[0069] (Preparation of B-2 liquid) 4.19g of the pigment derivative 1 is dissolved in 1925.0 g water, and let what added the 39.34 g acetic acid to the liquid filtered with the 1-micrometer Millipore filter be B-2 liquid.

[0070] (Preparation of the pigment dispersing element C 1-2) The pigment dispersing element C 1-2 was prepared like C 1-1 except replacing with A1 liquid, replacing AB1 liquid with B1 liquid, and using B-2 liquid.

[0071] Example 2 <pigment dispersing element C2> (preparation of AB2 liquid) C.I. pigment red 122 (above) 50g and 8.38g of the pigment derivative 1 are dissolved in DMSO818.93g and the mixed solution of 275.93g of 10%NaOH water solutions, and let the liquid filtered with the 1-micrometer Millipore filter be AB2 liquid.

[0072] (Preparation of H1 liquid) Let what added the 39.34 g acetic acid to 1925.0 g water be H1 liquid.

[0073] (Preparation of the pigment dispersing element C2) The pigment dispersing element C2 was prepared like C 1-1 except replacing with A1 liquid, replacing AB2 liquid with B1 liquid, and using H1 liquid.

[0074] 8.38g of the example 3 <pigment dispersing element C 3-1> (preparation of B3 liquid) pigment derivative 1 is dissolved in water 962.5G, and let what added 39.34g of acetic acids to the liquid filtered with the 1-micrometer Millipore filter be B3 liquid.

[0075] (Preparation of H2 liquid) Let what carried out weighing capacity of the 962.5g of the water be H2 liquid.

[0076] (Preparation of the pigment dispersing element C 3-1) H2 liquid is put into the container of about 4 capacity L, and it ice-cools from the perimeter of a container, and is made 0-10 degrees C of solution temperature. Next, it stirs by rotational frequency 5000rpm, using a homomixer as the stirring section of T.K. ROBOMIKKUSU (above). A roller pump is used for the liquid for A1 liquid and B3 liquid, it adds in 30 minutes, and a pigment particle is deposited ( drawing 2 ).

[0077] Henceforth, the pigment dispersing element C 3-1 was prepared like C 1-1.

<Pigment dispersing element C 3-2> The pigment dispersing element C 3-2 was prepared like C 3-1 except having added A1 liquid and B3 liquid among liquid ( drawing 3 ).

[0078] <Pigment dispersing element C 3-3> (preparation of B4 liquid) 4.19g of the pigment derivative 1 is dissolved in water 962.5G, and let what added 39.34g of acetic acids to the liquid filtered with the 1-micrometer Millipore filter be B4 liquid.

[0079] (Preparation of the pigment dispersing element C 3-3) The pigment dispersing element C 3-3 was prepared like C 3-2 except replacing with A1 liquid, replacing AB1 liquid with B3 liquid, and using B4

liquid.

[0080] B1 liquid is put into the container of about 4 example 4 <pigment dispersing element C 4-1> capacity L, it ice-cools from the perimeter of a container, and B1 liquid is made into 0-10 degrees C. Next, what converted the pipeline homomixer as the stirring section of T.K. ROBOMIKKUSU (above) is connected with a circulating pump, and it considers as an equipment configuration like drawing 4. A pump is started, B1 liquid is circulated and the rotational frequency of a pipeline homomixer is set to 5000rpm. Subsequently, a roller pump is used for a pipeline homomixer, A1 liquid is added in 30 minutes, and a pigment particle is deposited.

[0081] Henceforth, the pigment dispersing element C 4-1 was prepared like C 1-1.

<Pigment dispersing element C 4-2> (preparation of B5 liquid) 4.19g of the pigment derivative 1 is dissolved in 962.5g of water, and let the liquid filtered with the 1-micrometer Millipore filter be B5 liquid.

[0082] (Preparation of the pigment dispersing element C 4-2) It replaced with B1 liquid, B5 liquid was put into the container, it was made the equipment configuration as shown in drawing 5, and the pigment dispersing element C 4-2 was prepared like C 4-1 except adding B4 liquid to A1 liquid and coincidence at a pipeline homomixer.

[0083] <Pigment dispersing element C 4-3> The pigment dispersing element C 4-3 was prepared like C 4-1 except replacing with B1 liquid, replacing B-2 liquid with A1 liquid, and using AB1 liquid.

[0084] The pigment dispersing element C 5-1 was prepared like C 4-2 except replacing with example 5 <pigment dispersing element C 5-1> B5 liquid, replacing H2 liquid with B4 liquid, and using B3 liquid.

[0085] <Pigment dispersing element C 5-2> The pigment dispersing element C 5-2 was prepared like C 5-1 except replacing with A1 liquid, replacing AB1 liquid with B3 liquid, and using B4 liquid.

[0086] Example 6 <pigment dispersing element C 6-1> A1 liquid and B1 liquid are respectively put into another container, and it ice-cools from the perimeter of a container, respectively, and is made 0-10 degrees C. Subsequently, A1 liquid and B1 liquid are connected with what converted the pipeline homomixer as the stirring section of T.K. ROBOMIKKUSU (above) through a pump, respectively (drawing 6 R > 6). The pump by the side of B1 liquid is started first, and B1 liquid is supplied to a pipeline homomixer. Then, the rotational frequency of a pipeline homomixer is set as 5000rpm. Then, the pump by the side of A1 liquid is started, A1 liquid is supplied to a pipeline homomixer, and a pigment particle is deposited.

[0087] Henceforth, the pigment dispersing element C 6-1 was prepared like C 1-1.

<Pigment dispersing element C 6-2> The pigment dispersing element C 6-2 was prepared like C 6-1 except using the mixer of the structure which replaces with T.K. ROBOMIKKUSU and is shown in drawing 7 in model. In addition, the addition flow rate of A1 liquid and B1 liquid set the tube diameter of the passage of 500 ml/min and a mixer to 1mm, respectively.

[0088] <Pigment dispersing element C 6-3> The pigment dispersing element C 6-3 was prepared like C 6-1 except replacing with A1 liquid, replacing AB1 liquid with B1 liquid, and using B-2 liquid.

[0089] <Pigment dispersing element C 6-4> The pigment dispersing element C 6-4 was prepared like C 6-2 except using AB1 liquid instead of A1 liquid, and using B-2 liquid instead of B1 liquid.

[0090] Example 7 <pigment dispersing element C 7-1> A1 liquid, B3 liquid, and H2 liquid are respectively put into another container, and it ice-cools from the perimeter of a container, respectively, and is made 0-10 degrees C of solution temperature. Subsequently, what converted the pipeline homomixer as the stirring section of T.K. ROBOMIKKUSU (above), A1 liquid, B3 liquid, and H2 liquid are connected through a pump, respectively (drawing 8). The pump by the side of H2 liquid is started first, and H2 liquid is supplied to a pipeline homomixer. Then, the rotational frequency of a pipeline homomixer is set as 5000rpm. Then, A1 liquid and B3 liquid are supplied to a pipeline homomixer, and a pigment particle is deposited.

[0091] Henceforth, the pigment dispersing element C 7-1 was prepared like C 1-1.

<Pigment dispersing element C 7-2> The pigment dispersing element C 7-2 was prepared like C 7-1 except using the mixer of the structure which replaces with T.K. ROBOMIKKUSU and is shown in drawing 9 in model. In addition, the addition flow rate of A1 liquid, B3 liquid, and H2 liquid set the tube

diameter of the passage of 500 ml/min and a mixer to 1mm, respectively.

[0092] <Pigment dispersing element C 7-3> The pigment dispersing element C 7-3 was prepared like C 7-1 except replacing with A1 liquid, replacing AB1 liquid with B3 liquid, and using B4 liquid.

[0093] <Pigment dispersing element C 7-4> The pigment dispersing element C 7-4 was prepared like C 7-2 except replacing with A1 liquid, replacing AB1 liquid with B3 liquid, and using B4 liquid.

[0094] The pigment dispersing element D1 was prepared like C 1-1 except not making addition to Bof example of comparison 1 <pigment dispersing element D1> A1 liquid1 liquid into the inside of liquid ( drawing 10 ).

[0095] H1 liquid is put into the container of about 4 example of comparison 2 <pigment dispersing element D2> capacity L, and it ice-cools from the perimeter of a container, and is made 0-10 degrees C of solution temperature. T.K. Stir H1 liquid by 5000rpm, using a homomixer as the stirring section of ROBOMIKKUSU (above). AB2 liquid is added in 30 minutes by the roller pump in H1 liquid, without considering as addition among liquid, and a pigment particle is deposited. Then, the 1-micrometer membrane filter performed pressure filtration, and the pigment dispersing element D2 of 5% of concentration was obtained.

[0096] H1 liquid is put into the container of about 4 example 8 <pigment dispersing element C 8-1> capacity L, and it ice-cools from the perimeter of a container, and is made 0-10 degrees C of solution temperature. Subsequently, H1 liquid is stirred by 5000rpm, using a homomixer as the stirring section of T.K. ROBOMIKKUSU (above). AB2 liquid is added in 30 minutes by the roller pump in H1 liquid, without considering as addition among liquid, and a pigment particle is deposited.

[0097] Ultrafiltration membrane (above) was made to circulate through the solution with which the pigment particle deposited by the flow rate of 10 L/min using a diaphragm pump (above), it condensed, and the pigment dispersing element C 8-1 of 5% of concentration was obtained by desalting by repeating actuation of adding pure water and performing it, until the conductivity of a solution becomes below 500microS/cm.

[0098] <Pigment dispersing element C 8-2> The pigment dispersing element C 8-2 was prepared like C 8-1 except performing demineralization actuation simultaneously by the equipment configuration as shown in drawing 11 , adding AB2 liquid in H1 liquid.

[0099] H1 liquid is put into the container of about 4 example 9 <pigment dispersing element C 9-1> capacity L, and it ice-cools from the perimeter of a container, and is made 0-10 degrees C of solution temperature. Subsequently, H1 liquid is stirred by 5000rpm, using a homomixer as the stirring section of T.K. ROBOMIKKUSU (above). AB2 liquid is added in 30 minutes by the roller pump in H1 liquid, without considering as addition among liquid, and a pigment particle is deposited.

[0100] The media mold disperser (above) with which content volume filled up the zirconia beads (above) of the diameter of 0.3mm 80% was supplied, and the pigment dispersing element C 9-1 of 5% of concentration was obtained by distributing in mill peripheral-speed 13 m/s so that the residence time in a mill might become for 10 minutes about the solution with which the pigment particle deposited using a pump.

[0101] <Pigment dispersing element C 9-2> The pigment dispersing element C 9-2 was prepared like C 9-1 except performing distributed actuation simultaneously by the equipment configuration as shown in drawing 12 , adding AB2 liquid in H1 liquid.

[0102] Example 10 <pigment dispersing element C 10-1> (preparation of AB3 liquid) C.I. pigment red 122 (above) 50g, 8.38g of the pigment derivative 1, and polyvinyl-pyrrolidone (Tokyo formation shrine K15 molecular weight 10,000) 50g are dissolved in DMSO818.93g and the mixed solution of 275.93g of 10%NaOH water solutions, and let the liquid filtered with the 1-micrometer Millipore filter be AB3 liquid.

[0103] (Preparation of the pigment dispersing element C 10-1) The pigment dispersing element C 10-1 was prepared like C 8-2 except replacing with AB2 liquid and using AB3 liquid.

[0104] <Pigment dispersing element C 10-2> (preparation of AB4 liquid) C.I. pigment red 122 (above) 50g, 8.38g of the pigment derivative 1, and polyvinyl-pyrrolidone (above) 25g are dissolved in DMSO818.93g and the mixed solution of 275.93g of 10%NaOH water solutions, and let the liquid

filtered with the 1-micrometer Millipore filter be AB4 liquid.

[0105] (Preparation of H3 liquid) Let what added a 39.34 g acetic acid and polyvinyl-pyrrolidone (above) 25g at 1925.0 g water be H3 liquid.

[0106] (Preparation of the pigment dispersing element C 10-2) The pigment dispersing element C 10-2 was prepared like C 8-2 except replacing with AB2 liquid, replacing AB4 liquid with H1 liquid, and using H3 liquid.

[0107] <Pigment dispersing element C 10-3> (preparation of H4 liquid) Let what added a 39.34 g acetic acid and polyvinyl-pyrrolidone (above) 50g at 1925.0 g water be H4 liquid.

[0108] (Preparation of the pigment dispersing element C 10-3) The pigment dispersing element C 10-3 was prepared like C 8-2 except replacing with H1 liquid and using H4 liquid.

[0109] H1 liquid is put into the container of about 4 example 11 <pigment dispersing element C 11-1> capacity L, and it ice-cools from the perimeter of a container, and is made 0-10 degrees C of solution temperature. Subsequently, H1 liquid is stirred by 5000rpm, using a homomixer as the stirring section of T.K. ROBOMIKKUSU (above). AB3 liquid was added in 30 minutes by the roller pump in H1 liquid, without considering as addition among liquid. The pigment dispersing element C 11-1 of 5% of concentration was obtained by performing demineralization actuation and separation actuation simultaneously by the equipment configuration as shown in drawing 13 at this time.

[0110] <Pigment dispersing element C 11-2> The pigment dispersing element C 11-2 was prepared like C 11-1 except having made it the equipment configuration as shown in drawing 14.

[0111] [Assessment of a pigment dispersing element] The following assessment was performed about each obtained pigment dispersing element.

[0112] (Primary particle size of a pigment dispersing element) The pigment dispersing element was observed with the transmission electron microscope, the major axis of 1,000 particles was measured at random, and mean particle diameter was computed.

[0113] (Distributed particle size of a pigment dispersing element) Distributed particle size was measured using the zeta sizer 1000 (made in Malvern).

[0114]

(Preparation of ink)

A pigment dispersing element 160g Diethylene glycol 180g Glycerol 80g Pelex OT-P (Kao Corp. make) 5g Pro cheating on the fare GXL (Zeneka Co. make) 1000g was made to pass finishing and a 1-micrometer Millipore filter twice with ion exchange water by the presentation which consists of 2g, and pigment ink was prepared.

[0115] (Assessment of distributed stability) ink 100ml is put into the sample bottle by which evaporation does not take place and which was sealed like, it lays in a 60-degree C thermostat for one week, particle-size rate of change is searched for using the zeta sizer 1000 (above), and 10 - 50% x: particle-size rate of change exceeds [ 0: particle-size rate of change / less than 10% \*: particle-size rate of change ] 50% -- it came out and evaluated.

[0116] (Record to a record medium) The piezo mold head which are the nozzle particle size of 20 micrometers, 12kHz of drive frequencies, 128 nozzles per color, and same color nozzle consistency 180dpi (dpi expresses the number of dots per 2.54cm.) was carried, the ink jet of the mold of maximum recording density 720x720dpi on demand was used, and the homogeneity image pattern which gives reflection density 1.0 to the OHP sheet for ink jets was created.

[0117] (Assessment of transparency) It evaluated in five steps, having used [ had 11 men and 11 women look at the obtained image pattern and ] the bad thing as one point having used the good thing of assessment as five points.

[0118] The above result is shown in a table 1.

[0119]

[A table 1]

顔料分散体	1次粒径 [nm]	分散粒径 [nm]	分散安定性	透明性評価	備 考
C 1 - 1	24.5	97.1	○	3	本発明
C 1 - 2	24.2	96.5	○	3	本発明
C 2	24.1	96.3	○	4	本発明
C 3 - 1	24.8	98.0	△	3	本発明
C 3 - 2	23.8	96.1	○	4	本発明
C 3 - 3	23.6	96.0	○	4	本発明
C 4 - 1	23.1	95.1	△	4	本発明
C 4 - 2	22.3	94.5	○	3	本発明
C 4 - 3	22.5	95.1	△	3	本発明
C 5 - 1	22.3	94.3	○	4	本発明
C 5 - 2	22.1	94.2	○	4	本発明
C 6 - 1	21.2	93.8	○	3	本発明
C 6 - 2	21.5	94.1	○	3	本発明
C 6 - 3	20.3	93.4	○	4	本発明
C 6 - 4	21.0	93.7	○	4	本発明
C 7 - 1	19.1	92.2	○	4	本発明
C 7 - 2	19.5	92.3	○	5	本発明
C 7 - 3	18.3	90.1	○	4	本発明
C 7 - 4	18.5	90.3	○	5	本発明
D 1	33.1	120.0	×	2	比較例
D 2	37.3	142.2	×	2	比較例
C 8 - 1	27.4	98.0	△	3	本発明
C 8 - 2	25.2	97.3	○	4	本発明
C 9 - 1	28.3	93.5	△	3	本発明
C 9 - 2	25.1	94.3	○	4	本発明
C 10 - 1	17.2	90.4	○	3	本発明
C 10 - 2	17.9	91.0	○	4	本発明
C 10 - 3	18.1	90.8	△	4	本発明
C 11 - 1	16.5	86.3	○	5	本発明
C 11 - 2	15.4	79.8	○	5	本発明

[0120] The pigment dispersing element which starts this invention from a table 1 has primary particle size and a small distributed particle size, and it excels in the distributed stability of the produced pigment ink, and it turns out that the image formed using the ink is excellent in transparency.

[0121]

[Effect of the Invention] According to this invention, a pigment dispersing element with a small primary particle size can be obtained, and the pigment ink using it can obtain the image which was excellent in distributed stability and was excellent in transparency.

---

[Translation done.]